



Cromatógrafo de gases de las series 8860 de Agilent

Solución de problemas



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2019

No se permite la reproducción de parte alguna de este manual de ninguna forma ni por ningún medio (incluyendo su almacenamiento y recuperación electrónicos y la traducción a idiomas extranjeros) sin el consentimiento previo por escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo estipulado por las leyes de derechos de autor estadounidenses e internacionales.

Número de referencia del manual

G2790-95016

Edición

Primera edición, enero de 2019
Impreso en los EE.UU.

Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE 19808-1610 EE. UU.
Wilmington, DE 19808-1610 EE. UU.

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800） 820 3278

Garantía

El material contenido en este documento se facilita “tal cual” y está sujeto a cambios sin previo aviso en ediciones futuras. Asimismo, y en la medida en que esté permitido por la legislación aplicable, Agilent rechaza todas las garantías, ya sean expresas o implícitas, relativas a este manual y a la información contenida en el mismo, incluidas a título enunciativo pero no limitativo las garantías implícitas de comerciabilidad e idoneidad para un fin determinado. Agilent no se responsabiliza de los errores contenidos en este manual ni de los daños ocasionales relativos al suministro, uso o prestaciones de este documento o de la información contenida en el mismo. En el caso de que Agilent y el usuario tengan un acuerdo escrito independiente con condiciones de garantía que cubran el material de este documento y que estén en conflicto con estas condiciones, prevalecerán las condiciones de garantía del acuerdo independiente.

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de PRECAUCIÓN indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de PRECAUCIÓN hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de ADVERTENCIA indica un peligro. Llama la atención sobre un procedimiento operativo, una práctica o similar que, si no se realizan correctamente o no se cumplen, pueden provocar daños personales o, incluso, la muerte. No avance más allá de un aviso de ADVERTENCIA hasta que las condiciones indicadas se entiendan y se cumplan del todo.

Contenido

1 Conceptos y tareas generales

- Conceptos **10**
 - Cómo solucionar problemas mediante este manual **10**
 - Uso de las prestaciones para el diagnóstico del GC **10**
- Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados **11**
 - Configuración del inyector y del detector **11**
 - Configuración de las columnas **11**
 - Configuración del muestreador automático de líquidos **12**
 - Configuración del gas **12**
- Cómo visualizar el registro de análisis y el registro del sistema **13**
 - Registro de análisis **13**
 - Registro del sistema **13**
- Información que se debe proporcionar al contactar con el soporte técnico de Agilent **14**

2 Síntomas del ALS y del detector

- Errores del émbolo **16**
 - Procedimiento **16**
- La luz indicadora de alineación de la torre del inyector 7693A/7650A está encendida **17**
- La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector **18**
- Fallo de la prueba de corriente de descarga del NPD **19**
- Fallo de prueba de línea base del detector de ionización de llama **20**
- El FID no se enciende **21**
- El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido **22**
- Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor **23**
- El FPD+ no se enciende **24**
- Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD **25**
- La perla del NPD no se enciende **26**
- FPD+ La temperatura no estará lista **27**
- Apagado de dispositivos (defectuosos) **28**

3 Síntomas cromatográficos

Tiempos de retención no reproducibles	31
Áreas de pico no reproducibles	32
Contaminación o efecto memoria	33
Aísle la fuente	33
Busque las causas posibles: todas las combinaciones de inyector y detector.	33
Picos mayores de lo esperado	35
No se muestran picos/no hay picos	36
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	37
Resolución de pico deficiente	38
Colas en los picos	39
Colas en los picos del NPD	40
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	41
Para todos los inyectores que funcionan en modo split con cualquier detector	41
Para todos los inyectores que funcionan en modo splitless con cualquier detector	41
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	42
Asimetría de picos al inicio	43
Detector con mucho ruido que incluye oscilación, deriva y picos fantasma en la línea base	44
Línea base con mucho ruido	44
Oscilación y derivación de la línea base	46
Aparición de picos fantasmas en la línea base	47
Ruido y sensibilidad del Detector de captura de electrones (ECD)	49
Evaluación de selección de señales	49
Sensibilidad	52
Contaminación (línea base alta)	52
Poca altura o área de pico (sensibilidad baja)	53
Para resolver la sensibilidad baja con un detector de ionización de llama (FID)	54
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	56
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	57
Salida de la línea base del FID con el valor máximo (~8 millones)	58
La llama del FPD+ se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	59
Atenuación o reproducibilidad del FPD+	60
Valor de salida del FPD+ demasiado alto o demasiado bajo	61

Pocas áreas de picos en el FPD+	62
Gran anchura de pico a media altura en el FPD+	63
Salida de la línea base del FPD+ alta, > 20 pA	64
Resultado cromatográfico del FPD+ que muestra picos fijados	65
Atenuación del disolvente del NPD	66
Baja respuesta del NPD	67
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	68
El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	69
Baja selectividad del NPD	70
Se observan picos negativos con el TCD	71
La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing")	72
Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola	73

4 Síntomas de que el GC no está listo

El GC nunca llega a estar listo	76
El flujo nunca llega a estar listo	77
La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente	78
El horno no se calienta nunca	79
La temperatura nunca llega a estar lista	80
No se puede establecer un flujo o una presión	81
Un gas no alcanza el valor regulado o el punto de ajuste de la presión o el flujo	82
Un gas excede el valor regulado, la presión establecida o el flujo	83
La presión o el flujo del inyector fluctúa	84
No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split	85
El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado	86
El FID no se enciende	87
El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección	88
Flujos de gas hidrógeno y auxiliar del FID o NPD muy inferiores a los establecidos	89
Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD	90
El FPD+ no se enciende	91
La válvula no está lista	92
Válvulas de inyección de gas	92

5 Síntomas de cortes

- Cortes de columna **94**
- Cortes de hidrógeno **95**
 - Hidrógeno utilizado en corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar **95**
- Cortes térmicos **96**

6 Solución de problemas electrónicos: síntomas de encendido y de comunicación del GC

- El GC no se enciende **98**
- El PC no se puede comunicar con el GC **99**
- El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación) **100**

7 Comprobación de fugas

- Sugerencias para la revisión de fugas **104**
- Para revisar si hay fugas externas **105**
- Para revisar si hay fugas en el GC **106**
- Fugas en las conexiones de flujo capilar **107**
- Cómo revisar fugas en los inyectores **108**
- Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión **109**
 - Cómo realizar una prueba de caída de presión del inyector desde la interfaz de usuario en el navegador **109**
- Cómo revisar manualmente fugas en los inyectores split/splitless **111**
- Para corregir fugas en el inyector con o sin división **113**
- Cuándo realizar una prueba de caída de presión en un inyector empaquetado con purga **114**
- Cómo corregir fugas en el inyector empaquetado con purga **115**
- Cómo revisar manualmente fugas en inyectores de columnas empaquetadas **116**
 - Cómo corregir fugas en el inyector de columna empaquetada **117**
- Para corregir fugas en el inyector de frío en columna **118**

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

- Para medir el flujo de una columna **120**
 - Medición del flujo de columna del FID, TCD, ECD y FPD+ **120**
 - Medición del flujo de columna NPD **122**
- Para medir el flujo de purga de split o de séptum **123**

Medición del flujo de un detector	124
Medición de los flujos del FID, TCD, ECD y FPD+	124
Medición de flujos del NPD	126
Para realizar la autocomprobación del GC	127
Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split	128
Cómo ejecutar la prueba de restricciones de la purga del split	129
Para ajustar la desviación de encendido del FID	130
Para verificar si la llama del FID está encendida	131
Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido	132
Para medir la corriente de descarga del FID	133
Para medir la salida de línea base del FID	134
Cómo aislar la causa del ruido del FID	135
Cómo medir la corriente de descarga del NPD	136
Para revisar un chorro bloqueado del FID	137
Para revisar un chorro bloqueado del NPD	138
Para verificar que se ha encendido la perla del NPD	139
Cómo verificar si la llama del FPD+ está encendida	140
Cómo ajustar la desviación de encendido del FPD+	141
Cambio de purificadoras de gas	142
Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo	143

1

Conceptos y tareas generales

Conceptos 10

Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados 11

Cómo visualizar el registro de análisis y el registro del sistema 13

Información que se debe proporcionar al contactar con el soporte técnico de Agilent 14

Conceptos

En este manual se ofrece una lista de los síntomas y las tareas correspondientes que hay que realizar en caso de que se produzcan fallos asociados con el hardware o el resultado cromatográfico del GC, los mensajes que avisan de que el GC no está listo y otros problemas típicos.

En cada sección se describe un problema y hay una lista donde se enumeran las causas posibles para que pueda hacer un diagnóstico del mismo y solucionarlo. Estas listas no están diseñadas para usarse en el desarrollo de métodos nuevos. Continúe con la solución de problemas en el supuesto de que los métodos funcionen correctamente.


En este manual también se incluyen las tareas más comunes para la solución de problemas, así como la información que es necesaria antes de llamar a Agilent para una reparación.

Cómo solucionar problemas mediante este manual

Como método general para solucionar un problema, siga los pasos que se describen a continuación:

- 1 Observe los síntomas del problema.
- 2 Busque los síntomas en este manual haciendo uso de la Tabla de contenido o la herramienta de búsqueda **Search**. Repase la lista de posibles causas del síntoma.
- 3 Examine cada una de las causas posibles o realice una prueba que limite la lista de causas posibles hasta que el síntoma esté resuelto.

Uso de las prestaciones para el diagnóstico del GC

La interfaz de usuario en el navegador incluye pantallas de inicio  que muestran temperaturas actuales, flujos y datos similares, incluidos seguimientos de señales de salida u otras señales de utilidad para la resolución de problemas.

Además:

- Vaya a Diagnostics para ver cualquier problema detectado por el GC. Para algunos problemas, es posible que el GC proporcione una resolución de problemas automática. El GC también brinda varias pruebas de diagnóstico automático, disponibles en Diagnostics > Diagnostic Tests.
- El informe de salud del sistema, disponible en la pestaña Diagnostics, muestra el estado actual de todos los componentes del GC y también incluye la información necesaria para contactar con el soporte técnico Agilent (versión de firmware del instrumento, número de serie, etc.). El informe también muestra resultados de autodiagnóstico recientes.
- Vaya a Logs y visualice el registro de análisis (Run Log) y el registro del sistema (System Log).

Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados

Ciertos elementos configurables del GC deben mantenerse siempre actualizados. El incumplimiento de esta norma podría dar lugar a la reducción de la sensibilidad, a errores cromatográficos y a posibles riesgos respecto a la seguridad.

Configuración del inyector y del detector

Al cambiar de un método a otro, asegúrese de considerar si los consumibles del inyector y el detector también necesitan cambiarse. No instalar los consumibles adecuados puede llevar a unos resultados inesperados.

Liners: El tipo de liner correcto varía según el modo del inyector del GC, por ejemplo, el modo con división en comparación con el modo sin división, y el análisis.

Filtros del FPD+: Los filtros del FPD+ requieren flujos de gas distintos para funcionar correctamente. Establezca el flujo según el filtro del FPD+ instalado (fósforo frente a sulfuro) y asegúrese de que está instalado el filtro correcto.

Configuración de las columnas

Actualice la configuración de la columna del GC cada vez que recorte o cambie una columna. Compruebe también que el sistema de datos refleje correctamente el tipo, longitud, d.i. y espesor de película de la columna. El GC se basa en esta información para calcular los flujos. Si no se actualiza el GC después de alterar una columna se podrían provocar flujos incorrectos, relaciones de división cambiadas o incorrectas, alteraciones en el tiempo de retención y desplazamientos de los picos.

Configuración del muestreador automático de líquidos

Mantenga actualizada la configuración del Muestreador automático de líquidos (ALS) para asegurar un funcionamiento correcto. Entre los elementos del ALS que se deben mantener al día se incluye el tamaño de la jeringa instalada y el uso de las botellas de disolvente y de residuos.

Configuración del gas

ADVERTENCIA

Configure siempre el GC de forma adecuada cuando trabaje con hidrógeno. El hidrógeno se escapa rápidamente y representa un peligro para la seguridad si se descarga demasiado en el aire o en el horno del GC.

Vuelva a configurar el GC cada vez que cambie el tipo de gas. Si el GC se ha configurado para un gas distinto del que realmente está pasando por las tuberías, se producirán velocidades de flujo incorrectas.

Para comprobar el tipo de gas configurado para un componente, vaya a **Settings > Configuration**, luego seleccione el componente deseado (por ejemplo, el inyector o el detector).

Cómo visualizar el registro de análisis y el registro del sistema

El GC mantiene registros de eventos internos. Utilice dichos registros para solucionar problemas, especialmente cuando ya no aparezca ningún mensaje en la pantalla.

Para acceder a los registros, vaya a **Logs** y seleccione **Run Log** o **System Log**.

Registro de análisis

En cada análisis, el registro de análisis anota las desviaciones respecto al método planeado. El registro se borra al inicio de cada análisis. La información del registro de análisis puede utilizarse para cumplir con los estándares de las Buenas prácticas de laboratorio (GLP) y se puede cargar en los sistemas de datos de Agilent.

Registro del sistema

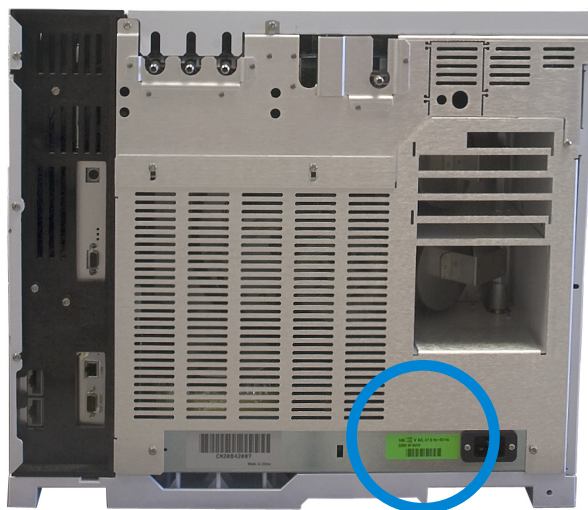
El registro del sistema captura eventos como los cortes, las advertencias, los errores y los cambios de estado del GC (inicio del análisis, detención del análisis, etc.) que se producen durante el funcionamiento del GC. El registro del sistema incluye entradas para el arranque del sistema, las actualizaciones de firmware y las secuencias.

Información que se debe proporcionar al contactar con el soporte técnico de Agilent

Si es posible, genere un informe de salud del sistema mediante la interfaz de usuario en el navegador. Este informe contiene la mayoría de información de la lista siguiente.

Reúna la siguiente información antes de ponerse en contacto con Agilent para una reparación:

- Síntomas
- Descripción del problema
- Hardware instalado y parámetros o configuración vigentes en el momento en que se ha producido el error (muestra, tipo de suministro de gas, velocidades de flujo de los gases, detectores e inyectores instalados, etc.)
- Cualquier mensaje que aparezca
- Los resultados de todas las pruebas de diagnósticos que haya ejecutado
- Detalles del instrumento. Consiga la siguiente información:
 - El número de serie del GC, que se encuentra en la esquina inferior derecha del GC
 - La versión de firmware del GC se encuentra en **Settings > About**
 - Configuración de la fuente de alimentación del GC (ubicada en una pegatina situada en la parte inferior trasera del GC)



Para obtener los números de contacto de servicio o soporte, consulte el sitio web de Agilent en www.agilent.com/chem.

Síntomas del ALS y del detector

Errores del émbolo 16

La luz indicadora de alineación de la torre del inyector 7693A/7650A está encendida 17

La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector 18

Fallo de la prueba de corriente de descarga del NPD 19

Fallo de prueba de línea base del detector de ionización de llama 20

El FID no se enciende 21

El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido 22

Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor 23

El FPD+ no se enciende 24

La perla del NPD no se enciende 26

FPD+ La temperatura no estará lista 27

Apagado de dispositivos (defectuosos) 28

Errores del émbolo

Si el ALS comunica un error del émbolo delantero o trasero, verifique si se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

- El émbolo de la jeringa está adherido o no está bien conectado a su soporte.
- El solenoide del émbolo está adherido.
- El codificador del soporte del émbolo está inoperable.
- El mecanismo del soporte del émbolo del autoinyector no se mueve.
- El émbolo no se mueve libremente debido al desgaste o residuo de la muestra. Instale una nueva jeringa y asegúrese de llenar la jeringa con solvente antes de la instalación.

Procedimiento

- 1 Quite la jeringa y compruebe que no haya adhesión o pegajosidad en el émbolo.
- 2 Cambie la jeringa si fuera necesario. Consulte la documentación del **7693A** o del **7650A**, según corresponda.
- 3 Compruebe la viscosidad de la muestra y compárela con el parámetro de viscosidad.
- 4 Restablezca el parámetro de viscosidad, si es necesario.
- 5 Reinicie la secuencia.
- 6 Si el error se produce nuevamente, solicite el servicio técnico de Agilent.

La luz indicadora de alineación de la torre del inyector 7693A/7650A está encendida

Si la luz Modo de alineación está encendida, primero compruebe que la torreta esté instalada correctamente. Luego, realice el procedimiento de alineación que se describe en el manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento del muestreador automático de líquidos del 7693A o en el manual Instalación, funcionamiento y mantenimiento del muestreador automático de líquidos del 7650A.

La aguja de la jeringa se dobla durante la inyección en el inyector

ADVERTENCIA

Cuando vaya a resolver problemas del inyector, mantenga las manos alejadas de la aguja de la jeringa, ya que es muy punzante y podría contener sustancias químicas peligrosas.

Consulte la documentación de operación del ALS para obtener información adicional.

- Compruebe que la tuerca del séptum del GC no esté demasiado apretada.
- Compruebe que la jeringa esté instalada correctamente en su mecanismo de soporte.
- Compruebe que el soporte de la aguja y la guía estén limpios. Elimine todos los residuos o depósitos del septum. Instale un nuevo pie de soporte de la aguja si es necesario.
- Si está utilizando el inyector cool-on-column, compruebe que está instalado el inserto adecuado para la jeringa.
- Compruebe que está utilizando la jeringa apropiada. La longitud total del cuerpo de la jeringa y la aguja debe ser de 126,5 mm aproximadamente.
- Verifique que las dimensiones del vial de muestras cumplan las especificaciones.
- Compruebe que los tapones de sellado estén debidamente instalados. Consulte la documentación del muestreador.

Fallo de la prueba de corriente de descarga del NPD

Un error en la prueba de corriente de descarga habitualmente indica un mal ensamblaje, contaminación o una pieza dañada.

Si acaba de realizar el mantenimiento en el NPD, primero compruebe que el detector se haya reensamblado adecuadamente antes de resolver problemas en el detector.

- 1 Sustituya los aislantes de cerámica. Vuelva a realizar la prueba.
- 2 Apague la perla y vea la salida (corriente de descarga).
- 3 Extraiga la perla y guárdela en un lugar seguro.
- 4 Quite los tres tornillos que sujetan la tapa y retírela.
- 5 Examine el resorte de interconexión. Asegúrese de que el resorte de interconexión no esté dañado, doblado ni sucio. El resorte de interconexión debe tocar la parte inferior del colector.
- 6 Si el resorte de interconexión no está dañado ni sucio, y la salida de señal del detector todavía está alta, póngase en contacto con Agilent para solicitar servicio técnico.

Fallo de prueba de línea base del detector de ionización de llama

Si acaba de realizar el mantenimiento en el FID, primero compruebe que el detector se haya reensamblado adecuadamente antes de resolver problemas en el detector.

Si se produce un fallo de prueba de línea base del detector de ionización de llama:

- Verifique la pureza y calidad del gas.
- Reemplace trampas químicas sucias/gastadas.
- Limpie térmicamente el detector.

El FID no se enciende

- Verifique que la desviación de encendido sea ≤ 2.0 pA.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición (>150 °C). Agilent recomienda >300 °C.
- Compruebe que el encendedor del FID está incandescente durante la secuencia de encendido. (Consulte la sección **“Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido”** en la página 157.)
- Pruebe a aumentar las presiones del módulo de flujo FID. De esta forma la llama arderá más fácilmente sin cambiar los valores establecidos.
- Aumente el flujo de hidrógeno y disminuya o cierre el flujo de gas auxiliar hasta que se produzca el encendido, y luego redúzcalo hacia los valores del método. Experimente hasta dar con los mejores valores.

Aumentar el flujo de hidrógeno y disminuir el flujo adicional ayudará al FID a encender con más facilidad. Si enciende bajo estas condiciones modificadas, la causa podría ser un chorro parcialmente atascado, un encendido débil o una pérdida en la conexión de columna.

- Vea si hay algún chorro que esté bloqueado o parcialmente bloqueado. (Consulte la sección **“Para revisar un chorro bloqueado del FID”** en la página 162.)
- Mida las velocidades de flujo del FID. Las velocidades de flujo reales deben encontrarse a $\pm 10\%$ del valor establecido. La relación hidrógeno/aire afecta enormemente al encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama. (Consulte la sección **“Medición del flujo de un detector”** en la página 148.)
- Si la llama todavía sigue sin encenderse, podría haber una fuga importante en el sistema. Si hay fugas considerables, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna al FID. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 119.)
- Compruebe la velocidad de flujo de la columna. (Consulte la sección **“Para medir el flujo de una columna”** en la página 142.) El flujo de hidrógeno debe ser mayor que la suma del flujo de la columna y el flujo del gas auxiliar.
- Vea si hay fugas en la conexión de la columna del FID.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición (>150 °C).
- Si el análisis lo permite, sustituya el nitrógeno por helio como gas auxiliar.

El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de encendido

ADVERTENCIA

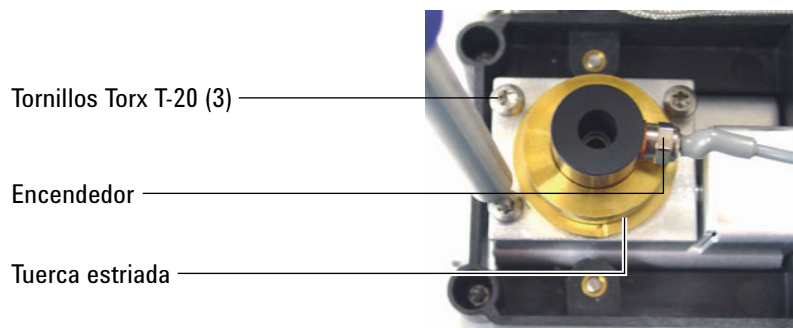
Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

Si la prueba falla, verifique si el problema se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

- El encendedor podría estar mal; así que sustitúyalo.
- La temperatura del detector está establecida en <150 °C. Agilent recomienda utilizar el FID a >300 °C.
- El encendedor no está haciendo una buena conexión con la toma de tierra:
 - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
 - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
 - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

Realice tareas de mantenimiento del FID si estas piezas están corroídas u oxidadas.



Corrosión en el colector del detector de ionización de llama y el tapón incandescente del encendedor

Agilent recomienda inspeccionar el colector y el tapón incandescente del encendedor durante el mantenimiento del FID para ver si existe corrosión.

El proceso de combustión del FID produce condensación. Dicha condensación, combinada con disolventes o muestras cloradas, produce corrosión y pérdida de sensibilidad.

Para evitar la corrosión, mantenga la temperatura del detector por encima de 300 °C.

El FPD+ no se enciende

- Compruebe si la temperatura del FPD+ es lo suficientemente alta para la ignición (> 150 °C).
- Compruebe las velocidades de flujo del FPD+ y si son las correspondientes al tipo de filtro instalado en el FPD+. La relación hidrógeno/aire afecta enormemente al encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama
- Mida los flujos reales del detector
- Compruebe si funciona el encendedor del FPD+
- Durante la secuencia de encendido, muestre la velocidad de flujo. La velocidad del flujo de aire debe alcanzar 400 ml/min durante el encendido de la llama. Si no es así, significa que no hay presión de aire suficiente.
- Compruebe el valor de **Lit offset**. El valor típico de **Lit offset** es 2,0. Si es cero, el encendido automático estará desactivado. Si es demasiado alto, el software no reconocerá que se ha encendido la llama y apagará el detector.
- Si la llama sigue sin encenderse, puede haber una fuga de consideración en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce unas condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas. (Consulte la sección "**Comprobación de fugas**" en la página 103.)
- Intente aumentar las presiones del módulo de flujo del FPD+. De esta forma la llama arderá más fácilmente sin cambiar los valores establecidos.
- Compruebe el valor de **Lit offset**. Si es cero, el encendido automático estará desactivado. Si es demasiado alto, el software no reconocerá que se ha encendido la llama y apagará el detector.
- En algunas condiciones de funcionamiento, la llama puede encenderse más fácilmente si se quita el tubo de ventilación. Después de encender la llama, vuelva a instalar el tubo de purga.
- Examine las conexiones de cables de acoplamiento y el acoplamiento de la conexión con el tapón incandescente, y apriete el tapón incandescente.

Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado.
- Mida los flujos reales del detector Si el flujo del hidrógeno o del gas auxiliar es de cero o es mucho menor que el flujo mostrado, es probable que el inyector esté atascado.
- Verifique el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Si el proceso sigue fallando, podría haber una fuga considerable en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna del detector. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.)

La perla del NPD no se enciende

- Verifique que los parámetros de flujo son correctos y adecuados.
- Si el proceso sigue fallando, podría haber una fuga considerable en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión/adaptador de la columna del detector. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.)
- Vea si hay mensajes de error. Presione **Diagnostics** y compruebe los registros del GC. También puede leer la corriente de la perla.
- Verifique el estado de la perla.
- Inspeccione el chorro para ver si está atascado. (Consulte la sección **“Para revisar un chorro bloqueado del NPD”** en la página 138.)
- Mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección **“Medición del flujo de un detector”** en la página 124.) Si el flujo del hidrógeno o del gas auxiliar es de cero o es mucho menor que el flujo mostrado, es probable que el inyector esté atascado.

FPD+ La temperatura no estará lista

Si la temperatura del bloque de emisión del FPD+ no pasa a estado Ready (lista):

- Compruebe la temperatura del horno. Si la temperatura del horno es alta (más de 325 °C) por un largo tiempo, configure la temperatura del bloque de emisión en su valor más alto (165 °C).
- Compruebe la temperatura de la línea de transferencia. Si la línea de transferencia está configurada en una temperatura muy alta (cerca de 400 °C), configure la temperatura del bloque de emisión en al menos 150 °C.

Apagado de dispositivos (defectuosos)

De forma predeterminada, el GC monitoriza el estado de todos los dispositivos configurados (inyectores, detectores, calentadores de la caja de válvulas, calentador del horno, módulos EPC o EPR, etc.) y pasa a estar listo cuando todos ellos llegan al valor establecido. Si el GC detecta un problema en alguno de esos dispositivos, nunca pasa a estar listo o podría llegar al estado de corte a fin de protegerse o de evitar comprometer la seguridad. No obstante, es probable que en alguna ocasión no desee que el estado de preparación de algún dispositivo evite que se inicie un análisis. Un ejemplo importante es cuando un inyector o un calentador del detector son defectuosos. Normalmente, dicho error evita que el GC pase a estar listo e inicie el análisis. Sin embargo, puede establecer el GC a fin de que haga caso omiso de este problema y pueda utilizarse el otro inyector o detector hasta que se repare el dispositivo.

No es posible hacer caso omiso de todos los dispositivos. Puede pasar por alto el estado de los inyectores, los detectores, el módulo EPE o el EPR, o el horno. El estado de preparación de otros dispositivos y componentes nunca puede pasarse por alto, por ejemplo, los dispositivos de inyección tales como la válvula de intercambio o el muestreador automático de líquidos.

Para hacer caso omiso del estado de un dispositivo:

- 1 Cierre el flujo de gas y apague el calentador del dispositivo como corresponda (asegúrese de que no se comprometa la seguridad).
- 2 Vaya a **Settings > Configuration**, luego seleccione el componente y desactive **Readiness**. La misma tarea se puede realizar desde un editor de métodos del sistema de datos.

Ahora puede utilizar el GC hasta que se repare el dispositivo.

PRECAUCIÓN

No pase por alto el estado de preparación de un dispositivo que se esté utilizando a menos que no le importe si llega al valor establecido.

Asegúrese de volver a habilitar Readiness después de que se repare el dispositivo. Si no lo hace, se continuará haciendo caso omiso del estado del mismo (temperatura, flujo, presión, etc.), aunqu se utilice el dispositivo en el análisis.

Tiempos de retención no reproducibles	31
Áreas de pico no reproducibles	32
Contaminación o efecto memoria	33
Picos mayores de lo esperado	35
No se muestran picos/no hay picos	36
Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno	37
Resolución de pico deficiente	38
Colas en los picos	39
Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular	41
Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos	42
Asimetría de picos al inicio	43
Detector con mucho ruido que incluye oscilación, deriva y picos fantasma en la línea base	44
Ruido y sensibilidad del Detector de captura de electrones (ECD)	49
Poca altura o área de pico (sensibilidad baja)	53
La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	56
Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA	57
Salida de la línea base del FID con el valor máximo (~8 millones)	58
La llama del FPD+ se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse	59
Atenuación o reproducibilidad del FPD+	60
Valor de salida del FPD+ demasiado alto o demasiado bajo	61
Pocas áreas de picos en el FPD+	62
Gran anchura de pico a media altura en el FPD+	63
Salida de la línea base del FPD+ alta, > 20 pA	64
Resultado cromatográfico del FPD+ que muestra picos fijados	65
Atenuación del disolvente del NPD	66
Baja respuesta del NPD	67
Salida de la línea base del NPD > 8 millones	68
El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente	69
Baja selectividad del NPD	70

3 Síntomas cromatográficos

Se observan picos negativos con el TCD 71

La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de "ringing") 72

Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola 73

Tiempos de retención no reproducibles

- Sustituya el séptum.
- Ve a si hay alguna fuga en el inyector, el liner (según sea pertinente) y la conexión de la columna. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)
 - **“Cómo revisar fugas en los inyectores”** en la página 108
 - **“Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión”** en la página 109
- Compruebe si hay suficiente presión en el suministro de gas portador. La presión suministrada al GC debe ser al menos 40 kPa (10 psi) superior a la presión máxima del inyector que se requiere a la temperatura final del horno.
- Ejecute réplicas de estándares conocidos para verificar el problema.
- Verifique si está utilizando el tipo de liner correcto para la muestra que se está inyectando.
- Si se trata del primer análisis, tenga en cuenta si se ha estabilizado el GC.
- Si está utilizando un FID o un NPD y los tiempos de retención aumentan (deriva), compruebe si hay contaminación en el chorro o sustitúyalo.

Áreas de pico no reproducibles

Compruebe el funcionamiento de la jeringa del ALS. (Consulte la sección de resolución de problemas del manual del usuario del muestreador)

- Sustituya la jeringa.
- Vea si hay alguna fuga en el inyector, el liner (según sea pertinente) y la conexión de la columna. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)
- Compruebe el nivel de muestras de los viales.
- Ejecute réplicas de estándares conocidos para verificar el problema.
- Si se trata del primer análisis, tenga en cuenta si se ha estabilizado el GC.

Contaminación o efecto memoria

Si en el resultado hay contaminación o picos inesperados, haga lo siguiente:

Aísle la fuente

- 1 Lleve a cabo un análisis en blanco con disolvente, utilizando una fuente de disolvente limpio y puro. Si la contaminación desaparece, el problema podría estar en la muestra o estar relacionado con el disolvente.
- 2 Lleve a cabo un análisis en blanco (saque la jeringa del inyector e inicie un análisis). Si la contaminación desaparece, el problema está en la jeringa.
- 3 Saque la columna del detector y tapone su conexión. Lleve a cabo otro análisis en blanco. Si la contaminación desaparece, el problema está en el inyector o en la columna. Si la contaminación persiste, el problema está en el detector.

Busque las causas posibles: todas las combinaciones de inyector y detector.

Inyector, muestreador, muestra y suministro de gas

- Revise el tipo de séptum y la instalación. El séptum vial puede estar disolviéndose en la muestra. Asegúrese de que el séptum vial tenga resistencia suficiente frente al solvente que está utilizando. También asegúrese de que el séptum vial sea plano. Si el séptum vial no es plano, la aguja tiende a extraer el centro del séptum y llevar partículas a la muestra, lo que ocasiona contaminación y picos fantasma.
- Realice el mantenimiento completo del inyector: Sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Compruebe si hay efecto memoria por arrastre de muestras de análisis previos. Realice varios análisis en blanco, sin inyección, para ver si los picos fantasma desaparecen o se hacen más pequeños.
- Compruebe el flujo de purga del septum. Si es demasiado bajo, el septum puede haber acumulado contaminación o puede haber condensado atascado en la línea de purga. Para los inyectores de COC, establezca el flujo de purga en 15 ml/min como mínimo. Mida el flujo. Consulte **"Para medir el flujo de una columna"**.
- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas de gas.
- Verifique la pureza del gas. Ejecute réplicas, primero varias con un intervalo corto entre sí y luego varias con un intervalo largo entre sí. Si los picos de contaminación son mayores en los análisis en los que los intervalos son más prolongados, es posible que el gas esté contaminado: el contaminante dispone de más tiempo para depositarse en la columna y el liner.
- Compruebe si hay contaminación en las conexiones y tuberías de suministro.
- Si sospecha que existe contaminación en el inyector, lleve a cabo el procedimiento de limpieza térmica.
- Compruebe el funcionamiento de los inyectores. Limpie el inyector y sustituya las piezas del inyector que estén contaminadas.

- Compruebe el nivel de disolvente de las botellas de lavado del ALS.
- Sustituya la jeringa del ALS si es necesario.
- Compruebe el volumen de inyección de la muestra. Verifique que el ALS esté inyectando suficiente cantidad de muestra en el inyector. Utilice la Calculadora de Volúmenes de Vapor del Solvente para determinar la cantidad de muestra que se debe inyectar.
- A veces, los picos fantasmas son provocados por viales de muestra contaminados. Pruebe con viales nuevos o limpios para ver si los picos fantasmas desaparecen.
- Algunas muestras cambian frente al calor o la luz ultravioleta. Compruebe la estabilidad de la muestra.

Columna, método

- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Si sospecha que existe contaminación en la columna, lleve a cabo el procedimiento de acondicionamiento térmico.
- Verifique que la temperatura y el tiempo del programa del horno son suficientes para las muestras que se están inyectando. Es posible que los picos fantasmas que son más amplios que los picos de muestra adyacentes pertenezcan a una ejecución anterior.
- Inspeccione la columna para ver si hay contaminación. Las muestras de gran peso molecular que contienen residuos pueden provocar que la jeringa, el liner del inyector o las primeras pulgadas de la columna se contaminen.
-

Detector, suministro de gas del detector

- Revise todos los indicadores y las fechas de las trampas de gas.
- Verifique la pureza del gas. Ejecute réplicas, primero varias con un intervalo corto entre sí y luego varias con un intervalo largo entre sí. Si los picos de contaminación son mayores en los análisis en los que los intervalos son más prolongados, es posible que el gas esté contaminado: el contaminante dispone de más tiempo para depositarse en la columna y el liner.
- Compruebe si hay contaminación en las conexiones y tuberías de suministro.
- Si sospecha que existe contaminación en el detector, lleve a cabo el procedimiento de limpieza térmica.
- Compruebe el funcionamiento de los detectores. Sustituya las piezas contaminadas del detector.

Picos mayores de lo esperado

- Compruebe las dimensiones de cada columna configurada en comparación con las dimensiones de la columna real. (Consulte la sección **“Elementos configurables que hay que mantener siempre actualizados”**.)
- Compruebe el volumen de inyección del muestreador automático. En el modo de inyección normal, el muestreador utiliza la inyección rápida para proporcionar una cantidad representativa de la muestra. La inyección rápida minimiza el fraccionamiento de la aguja. Los cromatogramas de la inyección manual o los dispositivos de inyección automática más lentos muestran niveles más elevados de materiales de bajo peso molecular frente a materiales de alto peso molecular, debido a que los volátiles se evaporan de la aguja más rápido que los materiales de mayor peso.
- Revise los tapones de los viales. Los tapones de viales flojos pueden provocar la pérdida selectiva de materiales más livianos de una muestra. El tapón no debe girar fácilmente si está instalado correctamente.
- Compruebe el tamaño de la jeringa configurada. Algunos tamaños de jeringas se especifican a capacidad media. Si el volumen máximo de la jeringa está marcado a media altura y no en la parte superior del cuerpo de la jeringa, introduzca **dos veces** el volumen de la etiqueta al configurar el tamaño de la jeringa.

No se muestran picos/no hay picos

- Si utiliza un muestreador automático:
 - Asegúrese de que haya muestra en el vial.
 - Verifique que el soporte del émbolo del ALS esté sujeto al émbolo de la jeringa.
 - Compruebe que la jeringa esté correctamente instalada y que extraiga la muestra.
 - Compruebe que la jeringa esté correctamente instalada y que extraiga la muestra.
 - Verifique que la torreta esté cargada correctamente y que las inyecciones no proceden de viales que estén fuera del orden.
 - Asegúrese de que la muestra entre en la jeringa.
- Verifique que el detector que se esté usando esté asignado a una señal.
- Compruebe que la columna esté instalada correctamente.
- Asegúrese de que la columna no esté bloqueada. (Consulte la sección **“Para medir el flujo de una columna”**.) Realice el mantenimiento de la columna.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección **“Medición del flujo de un detector”**.)
- Algunas muestras cambian frente al calor o la luz ultravioleta. Compruebe la estabilidad de la muestra.
- Compruebe el nivel de muestra en el vial.
- Si la muestra está viscosa, pruebe a hacer lo siguiente:
 - Aumente el tiempo de retardo de la viscosidad.
 - Diluya la muestra en un solvente de baja viscosidad adecuado.
 - Apague el ventilador de la torre.

Si el problema está en el detector, consulte **Tabla 1**.

Tabla 1 Diagnóstico y solución de problemas del detector

Detector	Solución
FID, FPD+	<ul style="list-style-type: none"> • Verifique que el electrómetro esté encendido. • Verifique que la llama todavía esté encendida.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Verifique que el filamento esté encendido. • Asegúrese de que el gas de referencia no esté establecido en cero. El filamento no se encenderá con un flujo de gas de referencia igual a cero.
NPD, ECD	Verifique que el electrómetro esté encendido.

Subida de la línea base durante el programa de temperatura del horno

- Inspeccione la columna para detectar sangrados.
- Compruebe si hay fugas u oxígeno en el suministro de gas portador. El oxígeno puede dañar las columnas capilares de fase ligada.
- Compruebe el indicador o la fecha de la trampa de oxígeno del suministro de gas.
- Realice análisis en blanco con disolvente para evaluar la línea base sin muestra.
- Realice análisis en blanco “sin inyección” (extraiga la jeringa del inyector e inicie un análisis) para evaluar la línea base sin disolvente.
- Compruebe si hay contaminación. (Consulte la sección **Contaminación o efecto memoria**.)
- Tenga en cuenta el efecto del espesor de la película de la columna en el sangrado. Pruebe utilizar una columna con una película más delgada.
- Compruebe si hay fugas en las conexiones de la columna. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)
- Prepare y utilice un perfil de compensación de la columna.

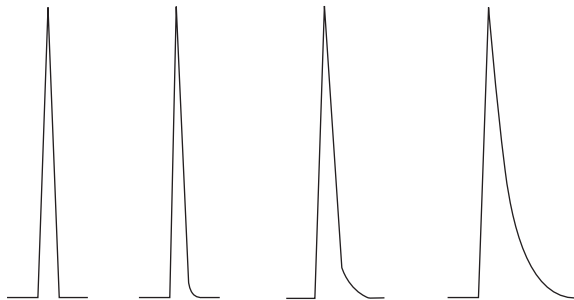
Resolución de pico deficiente

- Establezca el flujo de la columna en la velocidad lineal óptima.
- Instale y utilice los consumibles desactivados del inyector (por ejemplo, un liner).
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Compruebe la instalación de la columna en ambos extremos.
- Seleccione una columna con una resolución más alta.

Colas en los picos

En la figura siguiente se muestra un ejemplo de picos en cola. Al diagnosticar los picos en cola, tenga en cuenta lo siguiente:

- Qué picos están en cola.
- Si los picos en cola son compuestos activos, todos los compuestos o si hay tendencias (por ejemplo diluyentes rápidos o diluyentes lentos).



- Compruebe si la columna tiene una contaminación fuerte.
 - Si utiliza una columna capilar, quite medio metro a 1 metro del frente de la columna.
 - En el caso de las fases enlazadas y entrecruzadas, enjuague la columna con el disolvente.
 - Compruebe si el inyector está contaminado. En algunas ocasiones, las colas aumentarán la retención del compuesto. Limpie el inyector y sustituya las piezas del inyector que estén contaminadas. (Consulte el Manual de mantenimiento.)
- Tenga en cuenta la fase estacionaria de la columna (columna activa). Esto solo afecta a los compuestos activos. Por lo general, una columna activa genera colas que aumentan con el tiempo de retención.
- Quite
 - 1 metro del frente de la columna.
 - Sustituya la columna.
- Verifique que la columna se haya cortado e instalado correctamente.
 - Vuelva a cortar e instalar la columna en el inyector y reemplace las férulas. Realice un corte limpio y recto con una herramienta fiable.
 - Compruebe que la instalación no tenga fugas. Si hay una fuga en la conexión de columnas, verá más colas para los picos que eluyen en una etapa temprana. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)
- Tenga en cuenta el tipo de adaptador, liner y sello de inyector que se esté utilizando. Es posible que uno de esos elementos o todos ellos estén contaminados o activos.
 - Utilice un nuevo liner desactivado. Esto solo afecta a los compuestos activos.
 - Limpie o sustituya el sello del inyector.
- Revise si hay partículas sólidas en el liner y en los adaptadores (si están instalados). Si hay partículas sólidas visibles, limpie o sustituya.

- En la inyección sin división (splitless) capilar, tenga en cuenta la compatibilidad entre el disolvente y la columna.
 - Utilice un solvente diferente. Esto ayudará en situaciones en las que haya más colas para los picos que eluyen en una etapa temprana o para aquellos que están más cerca del frente del solvente.
 - Utilice una precolumna de 3 a 5 metros.
- Verifique que la técnica de inyección sea adecuada. Por lo general, esto está relacionado con una depresión errática del émbolo o con una muestra en la aguja de la jeringa.
- Verifique la temperatura del inyector.
 - Si la temperatura es demasiado alta, las colas suelen ser peores para los diluyentes rápidos. Baje la temperatura del inyector 50 °C.
 - Si la temperatura es demasiado baja, las colas suelen aumentar con la retención. Aumente la temperatura del inyector 50 °C.
- Compruebe si hay volumen muerto en el sistema. Compruebe si la columna está instalada correctamente en ambos extremos.
 - Si las colas de picos disminuyen con los tiempos de retención, reduzca el volumen muerto en las conexiones de líneas de transferencia, uniones de sílice fundida, etc.
 - Una columna instalada demasiado alto en un detector o inyector puede generar áreas de volumen muerto.
- Inspeccione todas las líneas de transferencia para ver si hay puntos fríos. Los puntos fríos generan colas que, por lo general, aumentan con el tiempo de retención.

Colas en los picos del NPD

Para el NPD, haga lo siguiente:

- Verifique que esté utilizando la perla correcta para la muestra que se esté analizando. Si está analizando fósforo, instale una perla negra. Las perlas blancas pueden provocar colas en los picos cuando se analiza fósforo.
- Verifique si está instalado el chorro adecuado. Utilice un chorro extendido.
- Sustituya los aislantes de cerámica.

Discriminación deficiente del pico del punto de ebullición o del peso molecular

Si tiene problemas con la discriminación del pico del punto de ebullición o el peso molecular (discriminación del inyector), haga lo siguiente:

- Compruebe si hay contaminación en el inyector Limpie y cambie el liner si es necesario. Sustituya todos los consumibles del inyector. Consulte el Manual de mantenimiento.
- Ajuste la temperatura del inyector.
- Ejecute estándares en contraste con un método conocido para determinar el comportamiento que se espera.

Para todos los inyectores que funcionan en modo split con cualquier detector

- Compruebe el tipo de liner. Utilice un liner optimizado para el análisis split. Uno que contenga lana de vidrio u otro embalaje de superficie que permita completar la vaporización de la muestra.
- Aumente la temperatura del inyector y verifique que la caperuza de aislamiento esté instalada y tenga aislamiento.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector.

Para todos los inyectores que funcionan en modo splitless con cualquier detector

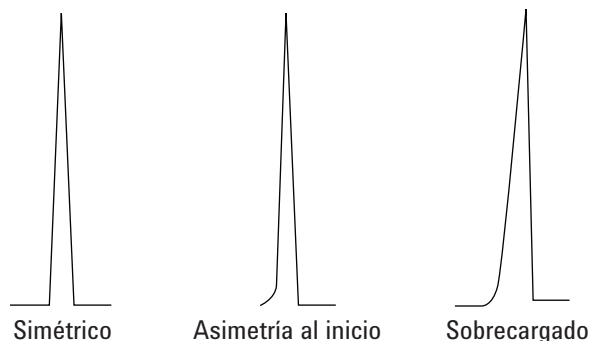
- Compruebe si hay fugas en el inyector (consulte la sección "**Comprobación de fugas**").
- Compruebe el tipo de liner. Utilice un liner optimizado para el análisis splitless (desactivado, gran volumen).
- Verifique que la temperatura de inicio del horno sea inferior al punto de ebullición del disolvente.
- Revise el corte de la columna y su instalación en el inyector.
- Compruebe que el volumen de vapor del disolvente no exceda la capacidad del liner.
- Compruebe que el tiempo de retardo de la purga sea correcto (volumen del liner/flujo de columna).

Descomposición de la muestra en el inyector/Falta de picos

- Baje la temperatura del inyector.
- Compruebe si hay aire o agua en el gas portador; verifique la pureza del gas y el funcionamiento de las trampas.
- Verifique que el liner sea apropiado para la muestra que se esté analizando.
- Realice el mantenimiento completo del inyector: Sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Instale un liner desactivado (si se utiliza un liner).
- Compruebe si existen fugas en el séptum, el liner y las conexiones de columnas (consulte la sección **“Comprobación de fugas”**).
- Instale un liner de conexión directa de Agilent.
- Utilice un método de presión a pulsos para transferir la muestra a la columna de forma más rápida.
- Acondicione térmicamente el inyector.
- Limpie el inyector.

Asimetría de picos al inicio

En la figura siguiente se muestran ejemplos de los tres tipos de picos: simétricos, asimetría al inicio y sobrecargados.



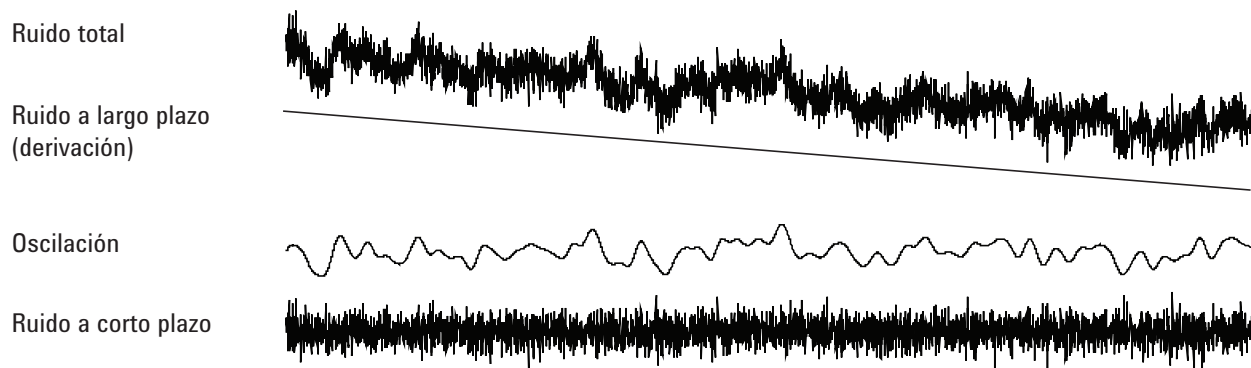
Si se produce asimetría de picos al inicio o sobrecargados, pruebe a hacer lo siguiente:

- Verifique que el volumen de inyección sea apropiado. La sobrecarga de columna es la causa más frecuente de asimetría de picos al inicio.
 - Disminuya el volumen de inyección, diluya la muestra o aumente la relación de split.
 - Cambie el tipo de columna o el espesor de la película.
- Asegúrese de que la columna esté correctamente instalada. Si no es así, vuelva a instalar la columna en el inyector.
- Verifique que se esté utilizando la técnica de inyección apropiada. Por lo general, esto está relacionado con una depresión errática del émbolo o con una muestra en la aguja de la jeringa.
- Si se utilizan la inyección splitless capilar, tenga en cuenta la solubilidad del compuesto en el disolvente de inyección.
 - Cambie el disolvente.
 - Utilice una precolumna.
- Compruebe la pureza del disolvente de muestras. En el caso de los solventes con grandes diferencias de polaridad o puntos de ebullición, un disolvente de muestra mixta puede ocasionar asimetría de picos al inicio. Cambie el disolvente de muestra.

Detector con mucho ruido que incluye oscilación, deriva y picos fantasma en la línea base

El ruido debe medirse en condiciones de funcionamiento "normal", con una columna conectada y un gas portador activado. El ruido o la derivación del electrómetro del FID (llama apagada), por ejemplo, no indicará con demasiada precisión cómo se desempeñará el detector en la práctica debido a fuentes importantes de ruido que no están incluidas en esta medición. Normalmente, el ruido tiene un componente de alta frecuencia (de origen electrónico) y componentes de baja frecuencia que se conocen como oscilación y derivación.

La oscilación es aleatoria en cuanto a su dirección, pero a una frecuencia más baja que el ruido electrónico a corto plazo. El ruido a largo plazo (derivación) es un cambio monotónico de la señal sobre un periodo que es largo en comparación con el ruido electrónico y de oscilación (vea las ilustraciones siguientes). Los términos como "corto" y "largo" son relativos a la anchura de los picos cromatográficos. En términos generales, es necesario medir el ruido por un periodo de tiempo que corresponda a 10 veces la anchura de pico a media altura (o 10 veces la relación área/altura para un pico gaussiano). La medición por tiempos más extendidos puede sobrestimar el ruido; los tiempos más reducidos pueden subestimarlo.



Línea base con mucho ruido

Las líneas base con mucho ruido o los valores de salida del detector altos pueden indicar fugas, contaminación o problemas eléctricos. Es inevitable que haya algo de ruido en cualquier detector, aunque las atenuaciones altas pueden ocultarlo. Como el ruido limita la sensibilidad del detector, debería reducirse al mínimo.

- Para todos los detectores, compruebe si hay fugas en las conexiones de la columna (consulte la sección **"Comprobación de fugas"**).
- Para el FID, consulte la sección **Cómo aislar la causa del ruido del FID**.
- Para el TCD, compruebe los datos recogidos a ≤ 5 Hz.

Si el ruido aparece de repente en una línea base previamente limpia, haga lo siguiente:

- Piense en los cambios recientes que se hayan hecho en el sistema.
- Acondicione térmicamente el inyector.

La limpieza térmica puede reducir el sangrado del séptum y otros contaminantes. Los nuevos septa pueden agregar ruido del sangrado de material de bajo peso molecular. Esto es una causa probable si el ruido disminuye cuando baja la temperatura del inyector. Solo utilice septa de alta calidad y almacénelos en algún lugar donde no puedan contaminarse.

- Verifique la pureza de los gases portadores y detectores. Si reemplazó un tanque recientemente y el tanque antiguo todavía está disponible y contiene algo de gas, pruebe con el tanque antiguo para ver si el ruido disminuye.

Si el gas nuevo está tan contaminado que satura las trampas, cambiar al gas antiguo puede mostrar una leve mejoría hasta que se reemplacen o regeneren las trampas. Este problema es muy frecuente con el gas portador de nitrógeno. Trabaje con un proveedor de gas de confianza.

- En el caso del TCD, controle las variaciones de presión del ambiente en el GC. Las corrientes de aire de un ventilador o aire acondicionado que impactan en el GC pueden interferir con el gas que sale del detector. Esta es una causa de ruido posible, pero no muy probable, ya que los detectores están debidamente protegidos. Si apaga la fuente de corriente de aire, o bien, si cubre la salida del detector, podrá identificar este problema. Instale el restrictor de salida de TCD (G1532-60070).
- Las conexiones flojas en el detector o su ruta de señal generan ruido.
- Verifique que se ha hecho un montaje correcto después de un mantenimiento reciente.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.

Si el ruido aumenta gradualmente hasta llegar a un nivel inaceptable, compruebe si se debe a las siguientes causas posibles:

- Limpie térmicamente el detector.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación. Sustituya las piezas según sea necesario.
- Inspeccione la columna y el inyector para ver si hay contaminación.
- Inspeccione el chorro del FID o del NPD para ver si hay contaminación.
 - **Para revisar un chorro bloqueado del FID**
 - **Para revisar un chorro bloqueado del NPD**
- Verifique que el tubo fotomultiplicador (PMT) del FPD+ está instalado correctamente. Si no es así, el resultado es que se producirán fugas ligeras y en última instancia ruido.

Los FID son propensos a la acumulación gradual de depósitos en el detector. En casos extremos, se generan picos fantasmas junto con el nivel de ruido aumentado.

Los depósitos de carbono (negro) pueden generarse a partir de solventes con combustión deficiente (principalmente materiales clorados y aromáticos). Evite estos solventes de ser posible. Si debe usarlos de todos modos, prepárese para limpiar el detector de manera periódica.

El dióxido de silicón (blanco) se forma cuando el sangrado de una columna de silicón arde en una llama. Para minimizarlo, utilice cargas de columna bajas, seleccione fases con límites de temperatura altos, acondicione las columnas cuidadosamente antes de su uso y utilice la temperatura de horno más baja posible para el análisis.

Para eliminar cualquier tipo de depósito, desmonte el detector y frote con un cepillo pequeño. Un solvente (prácticamente cualquier tipo de solvente sirve) ayuda a eliminar las partículas. Agilent recomienda sustituir el colector sucio y las piezas del aislante.

Otros factores que pueden contribuir al ruido:

- La columna está instalada demasiado alta en el detector.
- La temperatura del horno excede a las temperaturas máximas recomendadas para la columna.

Oscilación y derivación de la línea base

La oscilación o la derivación de la línea base puede producirse cuando se cambia un parámetro de temperatura o de flujo. Si el sistema no se ha estabilizado en las condiciones nuevas antes de empezar un análisis, es de esperar que haya algunos cambios en la línea base. Los siguientes casos suponen que ha transcurrido un tiempo de estabilización suficiente desde el último cambio en las condiciones de operación.

Si experimenta oscilación de la línea base, compruebe si hay fugas, especialmente en el séptum y en la columna (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.) Si la fuga está en el extremo del detector de la columna, los tiempos de retención son estables entre las ejecuciones, pero la sensibilidad se ve reducida. Si se encuentra en el extremo del inyector, la sensibilidad se ve reducida y los tiempos de retención aumentan.

También considere si el programa de temperatura del horno es suficiente.

La derivación de la línea base se ve con más frecuencia durante la programación de la temperatura. Para corregir la derivación de la línea base, haga lo siguiente:

- Verifique que se utiliza la compensación de la columna y el perfil es actual (para compensar el sangrado).
- Verifique que la columna esté acondicionada.
- Compruebe el sangrado de columna mientras esté a temperatura de funcionamiento.
- Compruebe el modo de la señal asignada a la columna en el sistema de datos.
- Verifique el perfil de compensación de la columna. Puede ser muy poco (derivación ascendente) o demasiado (derivación descendente).

Esta causa de derivación se reduce al acondicionar cuidadosamente la columna. El funcionamiento a temperaturas más bajas reduce la derivación pero extiende el análisis. También es posible utilizar una columna equivalente a nivel cromatográfico con un límite de temperatura más elevado.

Aparición de picos fantasmas en la línea base

Hay dos tipos de picos fantasma en la salida de la línea base: cíclicos y aleatorios. Por lo general, los picos fantasmas no se mostrarán en la pantalla. Solo se mostrarán en una representación o traza en línea.

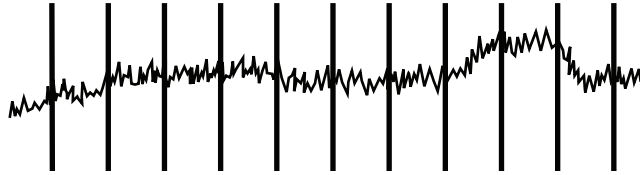


Figura 1. Picos fantasma cíclicos

Los picos fantasma cíclicos pueden producirse por lo siguiente:

- Un motor eléctrico
- El sistema de calefacción/refrigeración del edificio
- Otras interferencias electrónicas del laboratorio

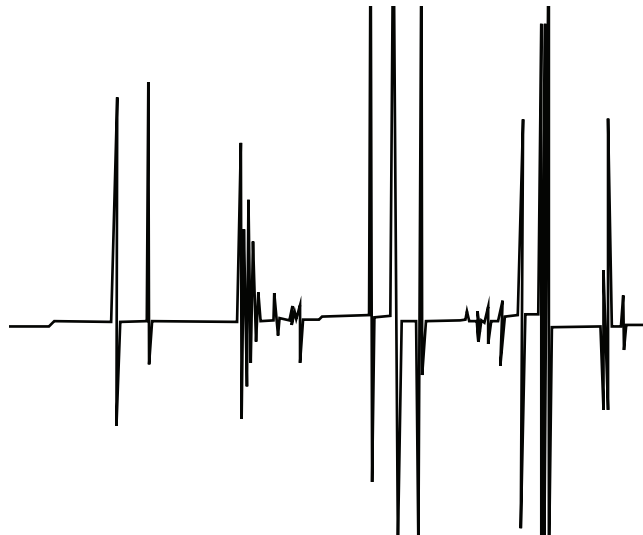


Figura 2. Picos fantasma aleatorios

Los picos fantasma son perturbaciones aisladas de la línea base que aparecen como movimientos selectos repentinos (y grandes). Si van acompañados de ruido, resuelva primero el problema del ruido, ya que es posible que los picos fantasmas desaparezcan al mismo tiempo.

- Compruebe si el detector está contaminado. En un FID extremadamente sucio, las partículas de carbono o dióxido de silicón pueden desprenderse y caer en la zona de detección.

3 Síntomas cromatográficos

- Para una columna empaquetada, compruebe que la salida de dicha columna esté sellada correctamente con lana de vidrio. Esto provocará que las partículas empaquetadas se desprendan al detector. Esto es lo que provocará un enchufe de lana de vidrio defectuoso o ausente en la salida de una columna empaquetada. Esto puede suceder con cualquier detector, pero el detector de llamas es particularmente propenso debido a la boca estrecha del chorro.
- Revise la instalación de la columna empaquetada. La parte inferior del chorro o el extremo de un tubo de transferencia se extiende hasta el final de la columna. Si entra en contacto con un enchufe de lana de vidrio, se generan picos fantasmas.
- Compruebe si el chorro es el adecuado.
- Compruebe que la temperatura del detector no es demasiado baja.

Ruido y sensibilidad del Detector de captura de electrones (ECD)

PRECAUCIÓN

Los procedimientos de desmontaje y limpieza, aparte de la limpieza térmica, sólo debe llevarlos a cabo personal capacitado y debidamente autorizado para manipular materiales radioactivos. Las cantidades residuales de ^{63}Ni radioactivo pueden eliminarse durante la realización de otros procedimientos, provocando una posible exposición peligrosa a la radiación.

ADVERTENCIA

Para evitar posibles riesgos de contaminación del área con material radioactivo, el sistema de escape del detector debe estar siempre conectado a una campana extractora o ventilado de algún otro modo en conformidad con la normativa local.

Los problemas de rendimiento asociados con el ECD incluyen (aunque no se limitan a) la pérdida de sensibilidad (real o percibida), el fondo alto de señal, una línea base con mucho ruido y picos o protuberancias cromatográficos que no son característicos de las muestras que se inyectan.

Si los problemas no están acompañados por un aumento en la salida de señal, según se lee en el teclado frontal del GC, solo sospeche que el problema se origina en el detector una vez que hayan sido verificadas las otras piezas del sistema cromatográfico.

Antes de iniciar un diagnóstico y resolución de problemas exhaustivo, considere la naturaleza del problema:

- 1 Si se realizaron cambios recientes en el sistema, como un cambio de gases portadores y detectores, un mantenimiento del inyector o la columna, o bien, si se cambió la columna, investigue la posibilidad de que se hayan producido fugas o contaminación.
- 2 Si el problema ha sido crónico y ahora es lo suficientemente grave como para interferir con el análisis, considere una posible contaminación, una degradación de columna o una celda ECD en mal estado.

Consulte también:

“Evaluación de selección de señales”

“Sensibilidad”

Evaluación de selección de señales

Lo primero que hay que considerar es el valor de la señal cuando el GC está en el estado inactivo. El nivel de señal “inactivo” es una función del tipo y la calidad de los gases portadores y detectores, como también de los flujos y la aplicación. Pueden diferir en diversas situaciones, pero como regla general, se aplican los siguientes valores (**Tabla 2**). La **Figura 3** muestra etapas típicas del ciclo de vida del ECD.

Tabla 2 Evaluación de señales del ECD

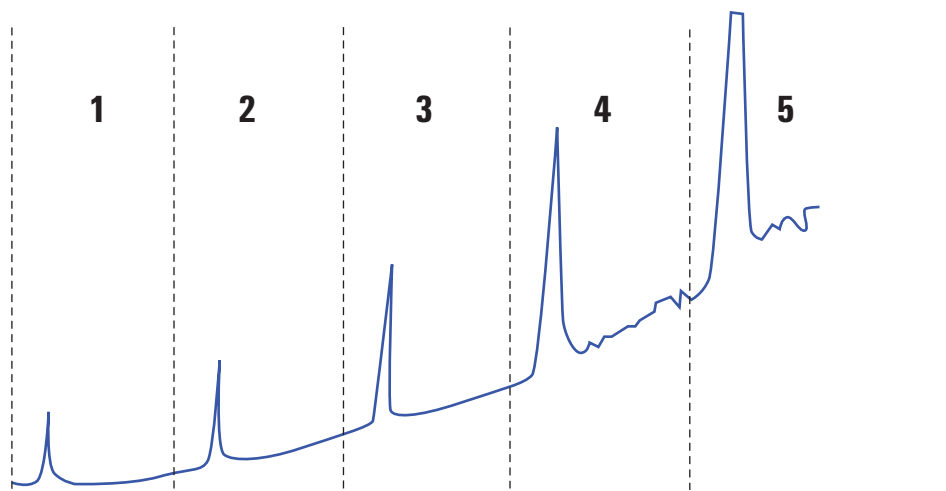
Señal ECD	Comentarios
<200	ECD está en "buen estado".
200 a 400	Algo elevado, no es motivo de preocupación en este punto. La señal aún está en el rango "bueno".
400 a 1000	El sistema muestra signos de contaminación de gases, columna o muestras. Si la señal aumenta como respuesta a un aumento de la temperatura del horno, sospeche que el problema proviene de la columna.
1000 a 2000	Considere la posibilidad de una contaminación grave, siga las instrucciones de resolución de problemas.
>2000	Si los siguientes procedimientos no funcionan, investigue la celda ECD.

NOTA

Puede tardar 24 horas hasta que la línea base de ECD se estabilice por completo, sobre todo si comenzó con un sistema en frío y quiere garantizar operaciones de alta sensibilidad. Para obtener resultados más precisos, ejecute el detector bajo condiciones de funcionamiento normales durante el mayor tiempo posible (al menos 2 horas y hasta 24 horas) antes de realizar la prueba de frecuencia.

Si está por inyectar en un inyector sin utilizar, debe utilizar septa de bajo sangrado. Antes de utilizar los nuevos septa en un inyector, asegúrese de acondicionarlos durante varias horas con un flujo de gas transportador de 1 a 5 mL/min.

Etapas típicas de la vida útil del ECD:



Etapa 1: Nueva celda

Fondo = 100 Hz. La celda cumple con los estándares de señal-ruido (S/N) de Agilent.

Etapa 2: 6 meses a 1 año

Fondo = 180 Hz. Respuesta con aumento.

Etapa 3: 1 a 2 años

Fondo = 350 Hz. Mayor respuesta, mayor ruido, menor S/N.

Etapa 4: 2 a 4 años

Fondo > 500 Hz. Línea base con mucho ruido, picos negativos. Limpieza térmica requerida.

Etapa 5: 4 a 10 años

Fondo > 1000 Hz. Gran respuesta. Con mucho ruido, celda contaminada. Requiere cambio de celda.

Figura 3. Típica vida útil del ECD

Sensibilidad

Si el ECD está dentro del rango de señal "bueno" y el problema es la sensibilidad, es posible que la causa sea el inyector o la columna. Considere los siguientes problemas:

- 1 Si utiliza un inyector con los modos split y splitless, verifique que no se haya cambiado el modo y que la válvula de split esté funcionando. Para ello, verifique que haya un cambio correspondiente en la respuesta al realizar inyecciones split y splitless; el resto de los parámetros de método permanecen sin cambios. Si utiliza el modo split, compruebe que el flujo de split utilice un medidor de flujo.
- 2 Compruebe todas las velocidades de flujo. Consulte **"Medición de los flujos del FID, TCD, ECD y FPD+"**.
- 3 Confirme que se ha completado el mantenimiento del inyector. Esto incluye recortar y volver a instalar la columna.
- 4 Verifique que el dispositivo de inyección esté funcionando correctamente. Si el método utiliza una válvula de muestreo, realice una inyección de jeringa directa con una concentración similar a la que introdujo la válvula. Descarte problemas con la válvula.
- 5 Revise el liner de mezcla en el adaptador de gas auxiliar. Una partícula de grafito o la contaminación de la muestra reducen la sensibilidad.

Contaminación (línea base alta)

Si el ECD tiene una línea base más elevada de lo esperado para su antigüedad, consulte lo siguiente:

- Descarte el resto de las posibles causas. Consulte **"Sensibilidad"** más arriba. También revise los suministros de gas portador y detector, las trampas de suministro de gas y la columna.
- Revise el liner de mezcla en el adaptador de gas auxiliar. Una partícula de grafito puede contaminar los resultados.
- Si la línea base del detector es > 500 Hz, sin importar la antigüedad del detector, acondiciónelo térmicamente. Déjelo funcionando durante 1 o 2 días.

Poca altura o área de pico (sensibilidad baja)

- Si utiliza un inyector en modo split, compruebe la relación de split.
- Compruebe si hay fugas (consulte la sección **“Comprobación de fugas”**). Cómo solucionar pequeñas fugas en un inyector split/splitless, consulte **Cómo revisar manualmente fugas en los inyectores split/splitless**.
- Compruebe si hay contaminación en el inyector (consulte la sección **“Contaminación o efecto memoria”**).
- Revise todas las columnas y verifique que se hayan cortado e instalado correctamente en cada uno de los extremos.
- Verifique que el tipo de columna sea correcto.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Verifique que el tipo de liner es apropiado para la muestra.
- Verifique que los parámetros de flujo del detector sean correctos.

Mida los flujos reales del detector Si un flujo actual no coincide con lo que se muestra en la pantalla del GC, verifique que no haya ningún tipo de contaminación ni restricciones, por ejemplo, un chorro bloqueado. Consulte lo siguiente:

- **Medición del flujo de un detector**
- **Para revisar un chorro bloqueado del FID**
- **Para revisar un chorro bloqueado del NPD**
- Compruebe la pureza del gas que se suministra.
- Revise todos los indicadores y fechas de las trampas.
- Verifique que los parámetros del método sean correctos.
- Algunas muestras cambian frente al calor o la luz ultravioleta. Compruebe la estabilidad de la muestra.
- Compruebe el tamaño de la jeringa configurada. Algunos tamaños de jeringas se especifican a capacidad media. Si el volumen máximo de la jeringa está marcado a media altura y no en la parte superior del cuerpo de la jeringa, introduzca **dos veces** el volumen de la etiqueta al configurar el tamaño de la jeringa.
- Si la caída en el área o la altura del pico se produjo gradualmente debido a la subida de la línea base, en lugar de que haya sido un cambio repentino, vea si hay contaminación en el detector. Limpie térmicamente el detector.

Si utiliza un FID:

- Verifique si está instalado el chorro adecuado.
- Inspeccione el chorro para ver si hay suciedad.
- Revise si hay piezas del detector contaminadas.
 - **Para revisar un chorro bloqueado del FID**

Si utiliza un ECD:

- Sustituya el liner de mezcla indentado de sílice fundida.
- Sustituya y vuelva a instalar la columna.

Si utiliza un NPD:

- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Sustituya los aislantes de cerámica.
- Sustituya la perla.

Si utiliza un FPD+:

- Verifique que la instalación de la columna sea correcta.
- Compruebe que el filtro está instalado correctamente y está limpio.
- Compruebe las velocidades de flujo.
- Compruebe el tipo de gas auxiliar.

Para resolver la sensibilidad baja con un detector de ionización de llama (FID)

Durante el uso normal, el FID puede generar depósitos en el colector, los aislantes, el chorro, etc. Cómo reducir la acumulación de contaminación, Agilent recomienda utilizar el detector a 300 °C o más. Sin embargo, incluso durante el uso normal, se generan depósitos en el chorro (por lo general, sílice blanco del sangrado de columna o negro, hollín carbonoso). Estos depósitos reducen la sensibilidad y producen ruido cromatográfico y picos fantasmas. Los chorros requieren limpieza o reemplazo periódico. El siguiente procedimiento busca causas de baja sensibilidad por frecuencia de aparición.

Para los casos de pérdida de sensibilidad asociados con el ruido, la oscilación o la derivación, también puede consultar **“Detector con mucho ruido que incluye oscilación, deriva y picos fantasma en la línea base”**.

- 1 Compruebe los parámetros de flujo del detector.

La regla general es una relación de flujo 1:1 de hidrógeno (columna + gas auxiliar).

- 2 Mida las velocidades de flujo reales del detector. Consulte **“Medición del flujo de un detector”**. Si los flujos de hidrógeno, gas auxiliar y columna capilar reales son menores que el flujo mostrado, es probable que el chorro esté atascado. Consulte **“Para revisar un chorro bloqueado del FID”**. Sustituya el chorro.

3

- 4 Verifique que la columna esté instalada correctamente. Vuelva a instalarla. Asegúrese de que la columna esté instalada hasta el extremo final y que sobresalga 1 o 2 mm (d.i. de columna > 100 µm).

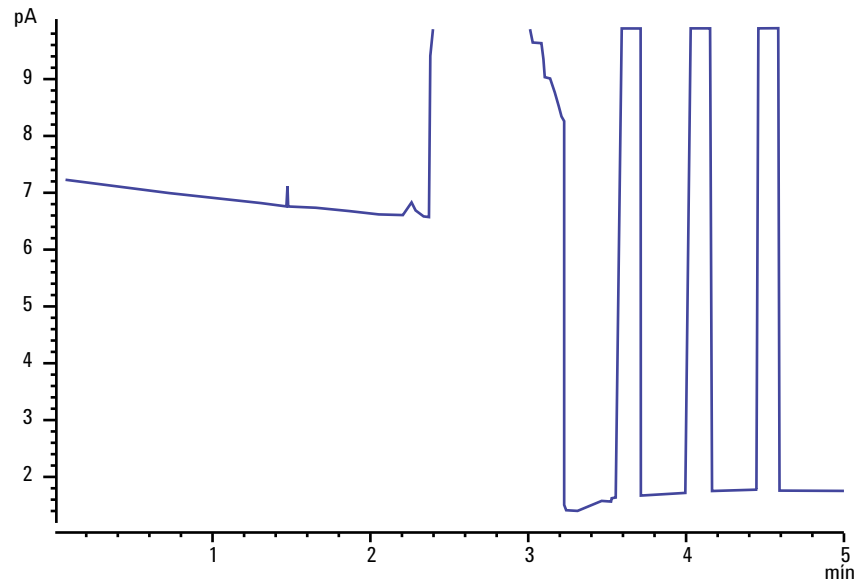
- 5 Revise los parámetros del inyector que controlan la ventilación, como la relación de split y el tiempo de retardo de la purga de splitless. Asegúrese de que la muestra no se esté ventilando involuntariamente.

3 Síntomas cromatográficos

- 6 Realice el mantenimiento del inyector (reemplace todas las piezas que se desgastan) y, una vez finalizado, realice la prueba de presión del inyector. Consulte el Manual de mantenimiento y **“Comprobación de fugas”**.
- 7 Realice el mantenimiento completo del FID. Desarme el FID y limpie o reemplace todas las piezas.

La llama del FID se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse

A continuación se puede ver un ejemplo de cromatograma donde se muestra la extinción de la llama por un gran pico de disolvente.



Tras la extinción de la llama, el GC tratará de encenderla tres veces. El GC trata de volver a encenderse cada vez que la salida del detector cae por debajo del valor establecido de **Lit offset** (desviación de encendido), sin importar si la llama se apagó o no (en un sistema muy limpio, la salida de la línea base puede ser menor que 2 pA).

Si la llama del FID se paga durante un análisis, haga lo siguiente:

- Observe si la llama se extinguió por un pico aromático o agua.
- Inspeccione el chorro para ver si está bloqueado.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos. Verifique que la **desviación de encendido (Lit offset)** se haya establecido correctamente.

Si la llama del FID trata de volver a encenderse pero ya está encendida, haga lo siguiente:

- Verifique que la **desviación de encendido** del FID se haya establecido correctamente para el análisis (normalmente < 2,0pA)
- Observe si la llama se extinguió por un pico aromático o agua.
- Inspeccione el chorro para ver si está parcialmente bloqueado. Mida los flujos reales de hidrógeno, aire y gas auxiliar del detector (consulte la sección **“Medición del flujo de un detector”**). Sustituya el chorro según sea necesario.
- Compruebe si hay fugas en la conexión de la columna del detector (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”**.)

Salida de la línea base del FID por encima de 20 pA

- Verifique la pureza del suministro del gas portador y detector.
- Inspeccione la columna para detectar sangrados. Baje la temperatura del horno a temperatura ambiente. Si la salida del detector baja significativamente, es posible que haya una columna que esté sangrando o contaminada, o bien, que haya gas portador contaminado. Para confirmar el sangrado de columna, apague el flujo de columna (con el horno frío) y revise la salida del detector.
- Inspeccione los indicadores y las fechas de las trampas de suministro de gas y asegúrese de que las trampas no estén gastadas.
- Verifique que el detector se haya vuelto a montar correctamente después de un mantenimiento reciente.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación. Limpie térmicamente el detector.
- Compruebe que la corriente de descarga actual del FID sea < 2.0 pA. (Consulte la sección **"Para medir la corriente de descarga del FID"**.)

Salida de la línea base del FID con el valor máximo (~8 millones)

Si la salida del FID parece estar atascada en un valor muy alto (hasta 8 millones de recuentos), compruebe que no haya un colector en cortocircuito.

- 1** Compruebe que no esté doblado el resorte de interconexión. Quite el conjunto del colector y haga una inspección visual del resorte.
- 2** Desarme el conjunto del colector y haga una inspección visual para comprobar que no haya acumulación de corrosión en ninguna de las piezas. Sustituya las piezas según sea necesario. Para evitar este problema, trabaje con el detector a > 300 °C.
- 3** Verifique que no haya carbonización en el detector debido a la inyección o los solventes clorados o aromáticos. Para evitar este problema, trabaje con el detector a > 300 °C. Vuelva a montar e instalar el colector y trabaje con el detector utilizando flujos de aire e hidrógeno más elevados (el valor de aire debe ser 450 ml/min y el de hidrógeno 35 ml/min).

La llama del FPD+ se apaga durante un análisis y trata de volver a encenderse

Si la llama se apaga durante un análisis, haga lo siguiente:

- Ve a hay fugas en el sistema del GC, especialmente en la conexión de la columna del detector. (Consulte la sección “**Comprobación de fugas**”.)
- FPD+: Verifique que la temperatura de la línea de transferencia esté establecida en ≥ 200 °C.
- Asegúrese de que la condensación del tubo de purga no gotee en el detector. Para drenar el agua condensada correctamente, el tubo de purga de plástico o flexible debe salir del detector hacia un contenedor sin combarse. Mantenga el extremo abierto del tubo fuera del agua del contenedor.

Si la llama del FPD+ se apaga y luego se vuelve a encender, haga lo siguiente:

- Verifique que el valor de la **Lit offset** sea inferior al de la línea base normal.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección “**Comprobación de fugas**”.)
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector. (consulte la sección “**Medición del flujo de un detector**”.)
- Determinadas condiciones ambientales, tales como:
 - Campos electromagnéticos fuertes
 - Cambios bruscos de temperatura ambiente
 - Cambios bruscos de presión atmosférica

Pueden ocasionar una baja de señal artificial en el GC e indicar de manera incorrecta que la llama se ha apagado. Como resultado, se cancela el análisis y el GC intenta volver a encender la llama que ya está encendida.

Puede verificar que la llama esté encendida al sostener una superficie fría y brillante (como un espejo o una llave) cerca del tubo de salida. La condensación en la superficie indica que la llama está encendida.

Establezca el valor de **Lit offset** en 2.0.

Atenuación o reproducibilidad del FPD+

La atenuación de hidrocarburos se produce cuando una alta concentración de dióxido de carbono de un pico de hidrocarburo está presente en la llama al mismo tiempo que la especie sulfurada. Parte de la luz que emiten las especies sulfuradas es absorbida por algunas especies de CO₂.

La auto atenuación se produce a altas concentraciones de especies de heteroátomos. Otras especies de estado fundamental (inactivas) vuelven a absorber el fotón emitido, lo que evita que llegue al PMT.

Para resolver la atenuación de hidrocarburos:

- La columna debe garantizar una separación adecuada de los compuestos; aquellos que contienen azufre o fósforo y aquellos que no absorben luz pero que pueden llegar a hacerlo.
- Optimice la separación cromatográfica de manera que los picos de hidrocarburos queden separados de los picos de azufre o fósforo.
 - 1 Primero realice el análisis en un FID para ver todos los picos (el FPD+ ignora los hidrocarburos).
 - 2 Realice el análisis en el FPD+.
 - 3 Modifique el método de manera que el pico relevante quede separado del resto de los picos.

Valor de salida del FPD+ demasiado alto o demasiado bajo

- Verifique que se esté utilizando el filtro correcto. No utilice un filtro de fósforo con flujos optimizados para azufre o un filtro de azufre con flujos optimizados para fósforo.
- Compruebe la posición de la columna según esté instalada en el detector.
- Compruebe la pureza del gas.
- Verifique que los flujos estén optimizados para el filtro que está utilizando. Supervise la salida del FPD+. La siguiente tabla proporciona ejemplos de salida del detector cuando el filtro instalado en el detector y los flujos de gas utilizados no coinciden.

Tabla 3

Flujos de gas optimizados para	Salidas	
	Con filtro de azufre	Con filtro de fósforo
Azufre	30 a 50	10 a 12 (bajo)
Fósforo	240 a 250 (alto)	30 a 50

Además de la incompatibilidad entre el filtro instalado y un conjunto particular de flujos de gas, verifique que la salida de la señal de FPD+ tenga la llama encendida:

- Si el valor de salida está comprendido entre 0,5 y 3,0, verifique que la llama esté ENCENDIDA (ON).
- Si el valor de salida es igual a 0, verifique que el electrómetro esté APAGADO o que el cable de señal esté desconectado.
- Si la salida es < 30 , es posible que la llama esté en la posición equivocada. Revise los flujos del detector, el flujo de la columna y la posición de la columna. Consulte lo siguiente:
 - **Para medir el flujo de una columna**
 - **Medición del flujo de un detector**

Pocas áreas de picos en el FPD+

- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección **"Medición del flujo de un detector"**.)
- Realice el mantenimiento completo del inyector: Sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes, elimine la parte contaminada de la columna cerca del inyector e invierta y acondicione térmicamente la columna según sea necesario.
- Verifique que la columna está instalada correctamente.
- Tenga en cuenta el tipo de filtro (de azufre o de fósforo).
- Compruebe si hay fugas en el sistema. (Consulte la sección **"Comprobación de fugas"**.)
- Verifique que los parámetros del método sean apropiados.
- Compruebe las velocidades de flujo.
- Compruebe el tipo de gas auxiliar.

Gran anchura de pico a media altura en el FPD+

Si el FPD+ produce picos que son anormalmente anchos a mitad de la altura del pico, haga lo siguiente:

- Compruebe el volumen de inyección real y redúzcalo si es necesario.
- Verifique que el tipo de liner no esté reaccionando con la muestra.

Salida de la línea base del FPD+ alta, > 20 pA

- Compruebe la pureza del gas que se suministra.
- Revise todos los indicadores y fechas de las trampas.
- Inspeccione el detector para ver si hay contaminación.
- Compruebe si hay fugas ligeras en el tubo fotomultiplicador (PMT) y apriete el tubo si está flojo.
- Realice el mantenimiento completo del inyector: Sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes si fuera necesario.

Resultado cromatográfico del FPD+ que muestra picos fijados

Si tiene una aplicación en el límite superior del rango dinámico (sobre todo con azufre), es posible que deba desensibilizar su instrumento. Sustituya el filtro de azufre 1000-1437 por la pieza de filtro número 19256-80000. Luego establezca los flujos del gas detector en los valores utilizados en el método de comprobación de fósforo. Esto aumenta la línea base, pero provoca una disminución de la relación señal-ruido.

No debería haber ningún problema con las soluciones y el uso de hidrógeno. Sin embargo, tenga en cuenta la siguiente advertencia.

ADVERTENCIA

El gas hidrógeno es inflamable y potencialmente explosivo. Asegúrese de apagar el gas hidrógeno en la fuente hasta que se realicen las conexiones. Además, debe comprobar si hay fugas en las conexiones, líneas y válvulas antes de usar el instrumento.

Atenuación del disolvente del NPD

Si la línea base no se recupera después de un pico de disolvente, pruebe a hacer lo siguiente:

- Abra o cierre el hidrógeno en torno al pico de disolvente.
- Utilice nitrógeno como gas auxiliar.
- Establezca el flujo total de la columna y el gas auxiliar en menos de 10ml/min.
- Aumente el flujo de aire en 10ml/min.
- Aumente la temperatura del detector hasta los 325 °C.

Baja respuesta del NPD

- Realice el mantenimiento completo del inyector: Sustituya todos los consumibles y acondicione térmicamente el inyector.
- Realice el mantenimiento de la columna: Limpie térmicamente los contaminantes si fuera necesario. Verifique que la instalación de la columna sea correcta.
- Una gran concentración de disolvente ha eliminado el plasma de aire/hidrógeno. Utilice el gas auxiliar a una velocidad de flujo de 5 mL/min.
- Verifique que esté saliendo hidrógeno de la fuente externa. Compruebe que el flujo y la presión estén encendidos en el teclado. La velocidad del flujo de hidrógeno debería estar entre 1,0 y 5,5 ml/min. Mida el flujo de gas real en el detector. (Consulte la sección **"Medición del flujo de un detector"**.)
- Inspeccione el chorro para ver si está parcialmente bloqueado. Consulte **Para revisar un chorro bloqueado del FID**.
- Verifique que la perla está activada. Use un espejo para mirar por el orificio de ventilación de la tapa del detector para ver si la perla está al rojo vivo. Si la perla no está al rojo vivo, verifique la señal de fondo del detector. Apague la perla para establecer un nivel de referencia y, a continuación, encienda la perla y busque un incremento marcado y repentino en la salida, lo que indica que se produjo el encendido. Si suministra 4 V a la perla y aún no se enciende, (se puede ver desde **Settings > Service Mode > Detectors > Signal**), es posible que esté quemada. Sustituya la perla.

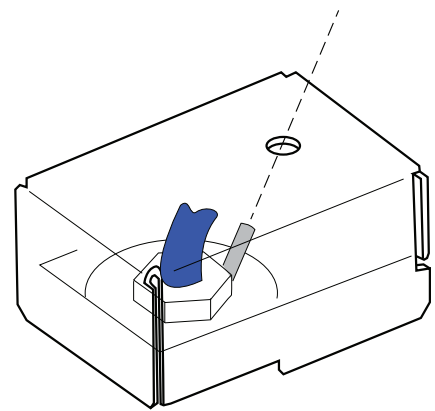
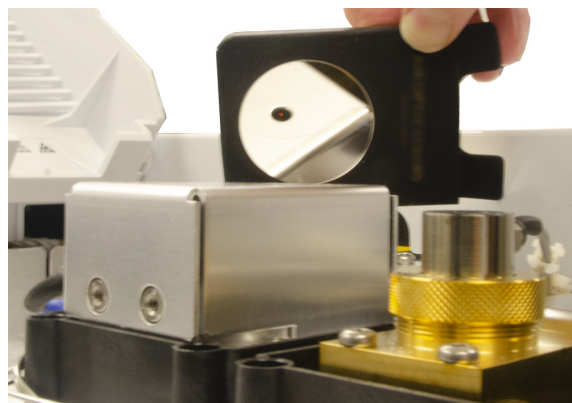


Figura 4. Perla Blo encendida

ADVERTENCIA

Las emisiones del detector no son lo bastante calientes para que se produzcan quemaduras. Use la protección adecuada, como gafas de seguridad o un espejo, cuando compruebe si la perla está incandescente.

- Sustituya el aislante o el colector.
- Revise si hay contaminación de la fase líquida (fases polares).

Salida de la línea base del NPD > 8 millones

- El colector está cortocircuitado en la carcasa del detector. Desmonte el colector y los aislantes y vuelva a instalarlos.

El proceso de ajuste de desviación del NPD no funciona correctamente

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado. (Consulte la sección **"Para revisar un chorro bloqueado del NPD"** en la página 138)
- Mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección **"Medición del flujo de un detector"** en la página 124.) Si el flujo del hidrógeno o del gas auxiliar es de cero o es mucho menor que el flujo mostrado, es probable que el inyector esté atascado.
- Verifique el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Si el proceso sigue fallando, podría haber una fuga considerable en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna del detector. (Consulte la sección **"Comprobación de fugas"** en la página 103.)

Baja selectividad del NPD

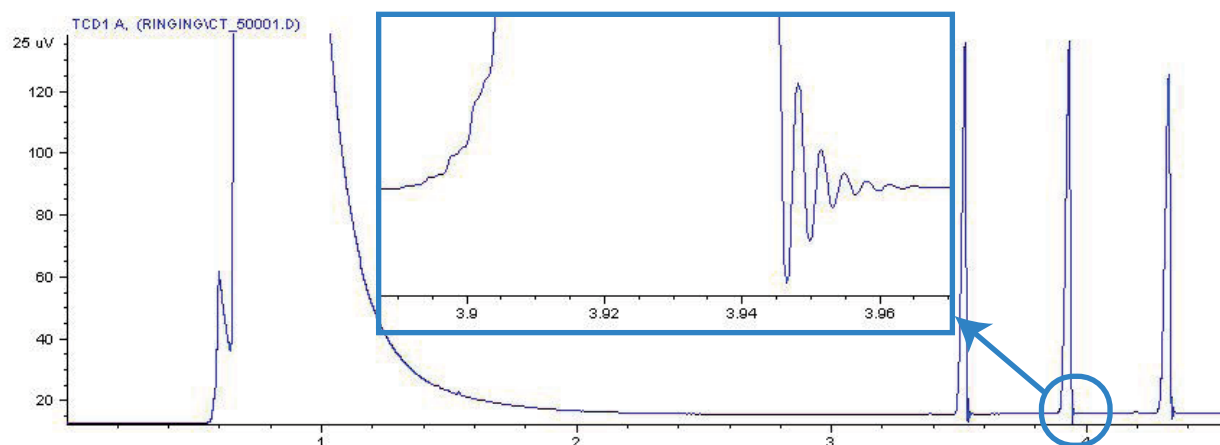
(respuesta elevada de hidrocarburos en relación al nitrógeno o fósforo).

- Verifique que el flujo del hidrógeno sea correcto (< 3 mL/min).
- Inspeccione la perla; es posible que esté defectuosa o gastada.
- Sustituya el colector y los aislantes.

Se observan picos negativos con el TCD

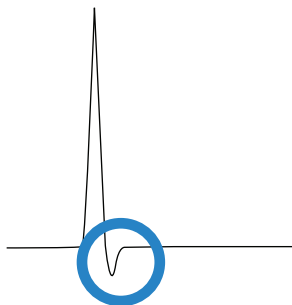
- Verifique que se esté utilizando el tipo de gas correcto.
- Vea si hay fugas en el sistema, especialmente en la conexión de la columna del detector. (Consulte la sección **"Comprobación de fugas"** en la página 103.)
- Considere la conductividad térmica de los analitos con relación al portador.
- Tenga en cuenta la sensibilidad para analitos.
- Compruebe los parámetros de flujo y mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección **"Medición del flujo de un detector"** en la página 124".)

La línea base del TCD tiene picos de arrastre de ruido sinusoidal amortiguados (línea base de “ringing”)



Se ha seleccionado una velocidad de transmisión de datos errónea en el sistema de datos. Para el TCD, la velocidad de transmisión de datos debe ser ≤ 5 Hz.

Los picos del TCD tienen una caída negativa en la cola




- Vea si hay fugas en la conexión del adaptador de columna del detector. (Consulte la sección **"Comprobación de fugas"** en la página 103.)
- Actualice el detector a un filamento menos activo químicamente.


Síntomas de que el GC no está listo

- El GC nunca llega a estar listo 76
 - El flujo nunca llega a estar listo 77
 - La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente 78
 - El horno no se calienta nunca 79
 - La temperatura nunca llega a estar lista 80
 - No se puede establecer un flujo o una presión 81
 - Un gas no alcanza el valor regulado o el punto de ajuste de la presión o el flujo 82
 - Un gas excede el valor regulado, la presión establecida o el flujo 83
 - La presión o el flujo del inyector fluctúa 84
 - No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split 85
 - El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado 86
 - El FID no se enciende 87
 - El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección 88
 - Flujos de gas hidrógeno y auxiliar del FID o NPD muy inferiores a los establecidos 89
 - Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD 90
 - El FPD+ no se enciende 91
 - La válvula no está lista 92
- En esta sección se incluyen los fallos y los síntomas que se producirán cuando el GC está encendido pero no puede realizar análisis. Esta circunstancia se indica mediante la advertencia "Not Ready" (no preparado), los mensajes de error y otros síntomas.

El GC nunca llega a estar listo

Normalmente, el GC pasa a estar listo una vez que los flujos y las temperaturas alcanzan el valor establecido. Si el GC no pasa a estar listo después de un periodo de tiempo largo:

- Seleccione la bandeja de estado/control o el componente en **Method** para ver qué valores o condiciones no están listos.
- Ve a si hay un problema en el muestreador.
- Ve a si hay un problema en la base de datos.
- Si realiza inyecciones manuales en modo splitless o modo de ahorro de gas, es posible que tenga que seleccionar  para preparar el inyector para la inyección. Hágalo, por ejemplo para:
 - Alternar entre las posiciones de la válvula de purga del inyector antes de una inyección splitless.
 - Preparar una inyección a pulsos.
 - Apagar el ahorro de gas.

Para obtener más información sobre , consulte el Manual de funcionamiento del GC Agilent 8860.

El flujo nunca llega a estar listo

Si el flujo de gas no pasa nunca a estar listo, compruebe lo siguiente:

- Revise el suministro de gas para ver si hay suministro de presión suficiente.
- Revise los restrictores instalados en el módulo EPC auxiliar (si procede).
- Compruebe el tipo de gas configurado. El tipo de gas configurado debe coincidir con el gas real que pasa por el GC.
- Vea si hay fugas en las tuberías de suministro de gas del GC. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.)

La temperatura del horno nunca se enfría/se enfría muy lentamente

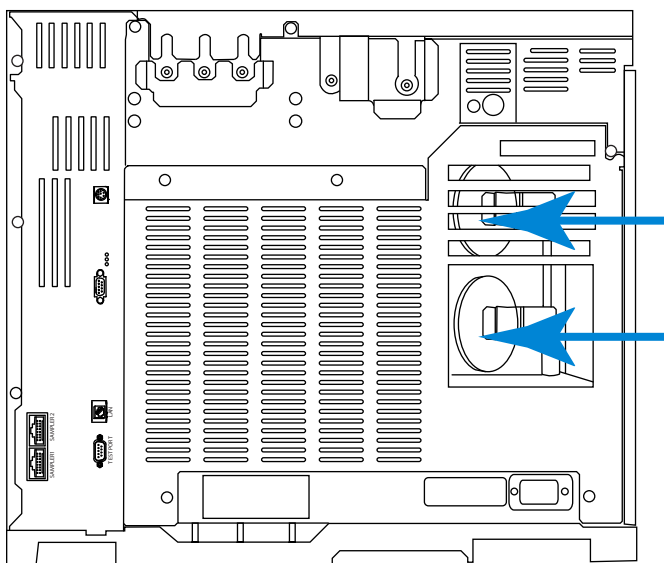
Si el horno no se enfría o se enfría con mucha lentitud:

ADVERTENCIA

El tubo de expulsión que sale de la parte trasera del GC estará muy caliente. Mantenga las manos y la cara alejadas del sistema de escape.

- Compruebe el funcionamiento de la compuerta del horno.
 - 1 Baje la temperatura del horno un mínimo de 20 grados.
 - 2 Verifique que los flap de la parte trasera del GC estén **abiertos**. Escuche para verificar que el ventilador esté funcionando. La figura siguiente ilustra la ubicación de los dos flap del horno.

Si no funcionan con facilidad, póngase en contacto con Agilent para su reparación.



El horno no se calienta nunca

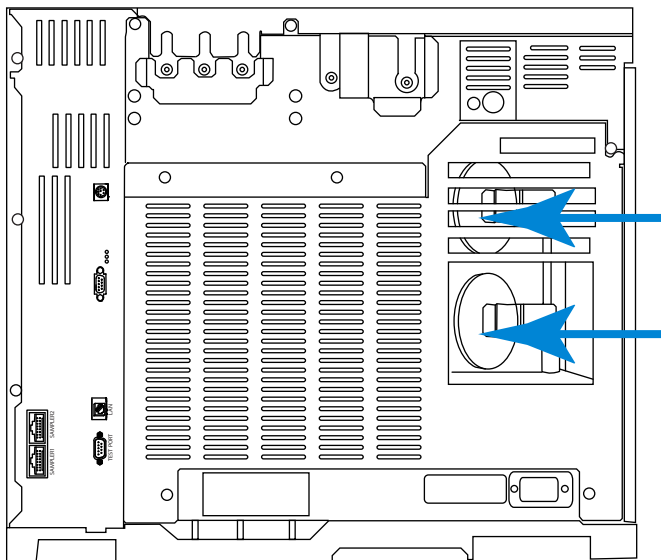
- Seleccione **Diagnostics** para comprobar si hay errores de los que informar a Agilent.

ADVERTENCIA

El tubo de expulsión que sale de la parte trasera del GC estará muy caliente. Mantenga las manos y la cara alejadas del sistema de escape.

- Apague y vuelva a encender el GC.
- Compruebe el funcionamiento de la compuerta del horno.
 - 1 Suba la temperatura del horno un mínimo de 20 grados.
 - 2 Verifique que los flap de la parte trasera del GC estén **cerrados**. La figura siguiente ilustra la ubicación de los dos flap del horno.

Si el flap está atascado y no se cierra o si los flap están cerrados pero el horno no se calienta, póngase en contacto con Agilent.



La temperatura nunca llega a estar lista

Para que se considere que está lista, la temperatura debe estar en el valor establecido de ± 1 °C durante 30 segundos. Si la temperatura nunca llega a estar lista, haga lo siguiente:

- Ve a si falta alguna caperuza de aislamiento en el inyector o en el detector.
- Ve a si una gran diferencia de temperatura entre el horno y el inyector o el detector.
- Compruebe si falta aislamiento alrededor del inyector o del detector.

No se puede establecer un flujo o una presión

Si no puede establecer un flujo o una presión mediante los inyectores split/splitless, haga lo siguiente:

- Compruebe el modo de la columna.
- Compruebe que la columna capilar esté configurada para el inyector correcto.
- Compruebe las dimensiones de la columna configurada.
- Compruebe que el flujo esté encendido.

Un gas no alcanza el valor regulado o el punto de ajuste de la presión o el flujo

Si un inyector no alcanza su valor establecido de presión, se apagará en un tiempo determinado según el tipo de inyector. (los inyectores equipados con EPR indicarán que no están listos mediante un asterisco parpadeante.) Haga lo siguiente:

- Compruebe que haya suficiente presión en el suministro de gas. La presión del suministro debe ser al menos 10 psi mayor que el valor establecido que se desea.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección **"Comprobación de fugas"** en la página 103.) Hay una fuga considerable en alguna parte del sistema. Utilice el detector de fugas electrónico para determinar si hay fugas y arreglarlas. No olvide revisar la columna. Una columna rota es una fuga considerable.
- Si utiliza el modo de ahorro de gas, asegúrese de que la velocidad de flujo es lo suficientemente alta para mantener la presión de la cabeza de columna más alta que se utiliza durante un análisis.
- Vea si hay alguna columna instalada de forma incorrecta.
- Compruebe si hay un sensor de presión del detector o un inyector defectuoso.

Si utiliza un inyector split/splitless:

- Compruebe la relación de split. Aumente el flujo de split.

Un gas excede el valor regulado, la presión establecida o el flujo

Si un gas excede su valor establecido de presión o de flujo, haga lo siguiente:

Si utiliza un inyector split/splitless:

- Reduzca la relación de split.
- Sustituya el filtro de purga de split.
- Verifique que se haya seleccionado el liner correcto (si se utiliza un liner).
- Compruebe que la configuración de presión del método del inyector SS esté por encima de la configuración mínima viable en el GC.
- Compruebe si hay contaminación en el sello de oro del inyector split/splitless.

Si utiliza un FID o un NPD:

- Inspeccione el chorro para ver si está bloqueado. Consulte **“Para revisar un chorro bloqueado del FID”** en la página 137 o **“Para revisar un chorro bloqueado del NPD”** en la página 138.

Válvulas:

- Ve a si algún rotor está mal alineado. Si es necesario, alinee el rotor.

La presión o el flujo del inyector fluctúa

La fluctuación de la presión del inyector provoca alteraciones en la velocidad de flujo y en los tiempos de retención durante un análisis. Haga lo siguiente:

- Compruebe que el purificador de gas o generador de gas esté funcionando a su capacidad o se aproxime a ésta.
- Revise el suministro de gas para ver si hay suministro de presión suficiente.
- Verifique que el regulador de presión de suministro funciona adecuadamente. Los sistemas con tubería de suministro de gran longitud pueden requerir un regulador de disminución gradual cerca del GC. También debe utilizar un regulador adicional para atenuar las fluctuaciones ocasionadas por los generadores de gas.
- Compruebe si hay fugas. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.) Hay una fuga considerable en alguna parte del sistema. Utilice el detector de fugas electrónico para determinar si hay fugas y arreglarlas. No olvide revisar la columna. Una columna rota es una fuga considerable.
- Compruebe si hay grandes restricciones en el liner del inyector o en la trampa de purga de split.
- Verifique que esté instalado el liner adecuado. Algunos liners presentan caídas de presión abruptas ocasionadas por el embalaje ajustado o el diseño.
- Vea si hay cambios abruptos de la temperatura ambiente durante las ejecuciones. Solucione los problemas de temperatura del laboratorio o mueva el instrumento a una ubicación más apropiada.
- Verifique que la característica de flujo cero automático esté encendida.

No se puede mantener la presión tan baja como el valor establecido en un inyector split

Si el GC no puede mantener una presión en un valor establecido bajo, compruebe lo siguiente:

- Considere utilizar un liner diseñado para el análisis split.
- Los parámetros de presión del método (o la presión que resulta de los parámetros de flujo) son demasiado bajos para el tipo de gas portador.
- Compruebe si el liner está bloqueado.
- Compruebe si hay contaminación en la línea de purga de split. Si es necesario, contacte con el servicio técnico de Agilent.
- Para el inyector split/splitless, sustituya el sello de oro.

El flujo de columna medido no es igual al flujo mostrado

Si el flujo de columna real no coincide con el flujo calculado que se muestra en el GC en un 10%, haga lo siguiente:

- Verifique que los flujos medidos estén corregidos a 25 °C y 1 atmósfera.
- Verifique que las dimensiones correctas de la columna se hayan configurado con exactitud, incluso la longitud de columna real (recortada).
- Se utiliza una columna WCOT corta (<15 m) de 0,58 a 0,75 mm d.i. con un inyector capilar split/splitless. El controlador de flujo total está establecido para un flujo alto, lo que genera presión en el inyector y flujo de columna incluso con un valor de presión igual a cero (en estos casos, se puede mostrar en la pantalla una presión real, incluso con un valor establecido igual a cero). Mediante columnas cortas, de 530 a 750 mm, mantenga el flujo total lo más bajo posible (por ejemplo, entre 20 y 30 mL/min). Instale una columna más larga y con mayor resistencia (por ejemplo, de 15 a 30 m).
- La línea o trampa de purga de split podría estar parcialmente bloqueada, lo que crea una presión real en el inyector superior a la presión del valor establecido. Compruebe si hay restricciones en la línea de purga de split.
- Asegúrese de que el flujo cero automático esté encendido. Según corresponda, establezca en cero el sensor de flujo y presión del módulo de flujo. Si esto no resuelve el problema, reemplace el módulo de flujo.

El FID no se enciende

- Verifique que la desviación de encendido sea ≤ 2.0 pA.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición (>150 °C). Agilent recomienda >300 °C.
- Compruebe que el encendedor del FID está incandescente durante la secuencia de encendido. (Consulte la sección **“Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido”** en la página 132.)
- Pruebe a aumentar las presiones del módulo de flujo FID. De esta forma la llama arderá más fácilmente sin cambiar los valores establecidos.
- Aumente el flujo de hidrógeno y disminuya o cierre el flujo de gas auxiliar hasta que se produzca el encendido, y luego redúzcalo hacia los valores del método. Experimente hasta dar con los mejores valores.

Aumentar el flujo de hidrógeno y disminuir el flujo adicional ayudará al FID a encender con más facilidad. Si enciende bajo estas condiciones modificadas, la causa podría ser un chorro parcialmente atascado, un encendido débil o una pérdida en la conexión de columna.

- Vea si hay algún chorro que esté bloqueado o parcialmente bloqueado. (Consulte la sección **“Para revisar un chorro bloqueado del FID”** en la página 137.)
- Mida las velocidades de flujo del FID. Las velocidades de flujo reales deben encontrarse a $\pm 10\%$ del valor establecido. La relación hidrógeno/aire afecta enormemente al encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama. (Consulte la sección **“Medición del flujo de un detector”** en la página 124.)
- Si la llama todavía sigue sin encenderse, podría haber una fuga importante en el sistema. Si hay fugas considerables, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna al FID. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 103.)
- Compruebe la velocidad de flujo de la columna. (Consulte la sección **“Para medir el flujo de una columna”** en la página 120.) El flujo de hidrógeno debe ser mayor que la suma del flujo de la columna y el flujo del gas auxiliar.
- Vea si hay fugas en la conexión de la columna del FID.
- Asegúrese de que la temperatura del FID sea lo suficientemente alta para la ignición (>150 °C).
- Si el análisis lo permite, sustituya el nitrógeno por helio como gas auxiliar.

El encendedor del FID no está incandescente durante la secuencia de inyección

ADVERTENCIA

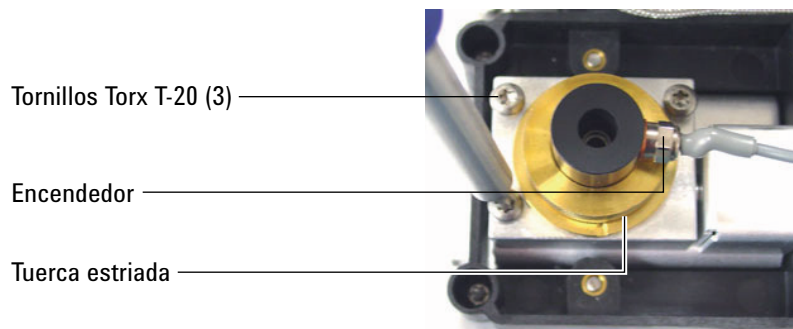
Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

Si la prueba falla, verifique si el problema se debe a alguna de las siguientes causas posibles:

- El encendedor podría estar mal; así que sustitúyalo.
- La temperatura del detector está establecida en $<150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Agilent recomienda utilizar el FID a $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- El encendedor no está haciendo una buena conexión con la toma de tierra:
 - El encendedor debe estar bien atornillado en el conjunto almenado del FID.
 - Los tres tornillos Torx T-20 que sujetan el conjunto del colector en su sitio deben estar apretados.
 - La tuerca estriada de latón que sujeta el conjunto de la tuerca almenada del FID en su sitio debe estar apretada.

Realice tareas de mantenimiento del FID si estas piezas están corroídas u oxidadas.



Flujos de gas hidrógeno y auxiliar del FID o NPD muy inferiores a los establecidos

- Compruebe si hay un chorro bloqueado o parcialmente bloqueado. Un chorro atascado genera retropresión. Debido a que el módulo de flujo utiliza control de presión, la retropresión aumentada simula el flujo apropiado. La velocidad de flujo real disminuirá, pero el GC sigue funcionando. Consulte:

“Para revisar un chorro bloqueado del FID” en la página 137

“Para revisar un chorro bloqueado del NPD” en la página 138

- Vea si hay fugas en la conexión de columnas en la base del detector.
- Sustituya el chorro del FID o del NPD.

Fallo en el proceso de ajuste de desviación del NPD

- Inspeccione el chorro para ver si está atascado. (Consulte Para revisar un chorro atascado del NPD.)
- Mida los flujos reales del detector. (Consulte la sección Cómo medir el flujo de un detector.) Si el flujo del hidrógeno o del gas auxiliar es de cero o es mucho menor que el flujo mostrado, es probable que el inyector esté atascado.
- Verifique el estado de la perla. Sustitúyala si es necesario.
- Verifique que los parámetros de flujo sean correctos.
- Si el proceso sigue fallando, podría haber una fuga considerable en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas, en especial la conexión de la columna del detector. (Consulte la sección **“Comprobación de fugas”** en la página 119.)

El FPD+ no se enciende

- Compruebe si la temperatura del FPD+ es lo suficientemente alta para la ignición (> 150 °C).
- Compruebe las velocidades de flujo del FPD+ y si son las correspondientes al tipo de filtro instalado en el FPD+. La relación hidrógeno/aire afecta enormemente al encendido. Si los parámetros de flujo no son los óptimos, podrían impedir que se encienda la llama
- Mida los flujos reales del detector
- Compruebe si funciona el encendedor del FPD+
- Durante la secuencia de encendido, muestre la velocidad de flujo. La velocidad del flujo de aire debe alcanzar 400 ml/min durante el encendido de la llama. Si no es así, significa que no hay presión de aire suficiente.
- Compruebe el valor de **Lit offset**. El valor típico de **Lit offset** es 2,0. Si es cero, el encendido automático estará desactivado. Si es demasiado alto, el software no reconocerá que se ha encendido la llama y apagará el detector.
- Si la llama sigue sin encenderse, puede haber una fuga de consideración en el sistema. Si hay fugas importantes, el resultado es que las velocidades de flujo medidas no son las reales, lo que produce unas condiciones de encendido que no son idóneas. Inspeccione a fondo todo el sistema para ver si hay fugas. (Consulte la sección “**Comprobación de fugas**” en la página 103.)
- Intente aumentar las presiones del módulo de flujo del FPD+. De esta forma la llama arderá más fácilmente sin cambiar los valores establecidos.
- Compruebe el valor de **Lit offset**. Si es cero, el encendido automático estará desactivado. Si es demasiado alto, el software no reconocerá que se ha encendido la llama y apagará el detector.
- En algunas condiciones de funcionamiento, la llama puede encenderse más fácilmente si se quita el tubo de ventilación. Después de encender la llama, vuelva a instalar el tubo de purga.
- Examine las conexiones de cables de acoplamiento y el acoplamiento de la conexión con el tapón incandescente, y apriete el tapón incandescente.

La válvula no está lista

La resolución del problema depende del tipo de válvula.

Válvulas de inyección de gas

Por lo general, el GC no está preparado cuando no ha transcurrido el tiempo de inyección o carga. Queda preparado cuando el tiempo de carga o inyección especificado ha transcurrido.

5

Síntomas de cortes

Cortes de columna 94

Cortes de hidrógeno 95

Cortes térmicos 96

Cortes de columna

El GC hace un seguimiento de las corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar. Si un gas portador (que puede incluir un módulo de flujo auxiliar) no puede alcanzar el valor de flujo o presión establecidos, el GC supone que existe una fuga. Transcurridos 25 segundos emitirá un pitido para avisarle y después, emitirá pitidos a intervalos. Unos 5 minutos después, el GC desconectará los componentes por motivos de seguridad. El GC:

- Muestra el mensaje **Front inlet pressure shutdown**.
- Se apaga para evitar daños en la columna.
- Abre a medias los flap de la parte trasera del horno.
- Cierra todos los flujos de la columna. Los parámetros correspondientes parpadearán en **Off**. Por ejemplo, los flujos de columna para un inyector split/splitless se cortarían.
- Apaga todos los demás calentadores. Los parámetros de temperatura correspondientes parpadearán en **Off**.
- Los intentos de activar una zona que ha sufrido un corte fallarán y se emitirá un mensaje de error.
- Apaga el filamento del TCD.
- Apaga el encendedor del FID o FPD+, y cierra los flujos de aire y de gas combustible.
- Apaga la perla del NPD y los flujos de aire y de gas combustible.

Para que vuelva a funcionar:

- 1 Arregle la causa del corte. Verifique el suministro del gas portador. El GC requiere una presión suministrada de gas de 70 kPa (10 psi) más elevada que la presión más alta utilizada en la ejecución.
 - Vea si hay una columna rota cerca del inyector.
 - Compruebe si hay fugas
 - Sustituya el séptum del inyector.
 - Sustituya la arandela del inyector.
 - Compruebe la presión de suministro.
- 2 Seleccione **Diagnostics**. Seleccione la alerta. Seleccione **Clear Shutdown - On** para borrar la alerta y encender todas las zonas. Seleccione **Clear Shutdown - Off** para borrar la alerta y encender todas las zonas, excepto la zona de parada.

Cortes de hidrógeno

El gas hidrógeno se puede utilizar como gas portador o como gas combustible en algunos detectores. Cuando se mezcla con el aire, el hidrógeno puede formar mezclas explosivas.

Hidrógeno utilizado en corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar

El GC hace un seguimiento de las corrientes de gas de entrada y de gas auxiliar. Si una corriente no puede alcanzar el valor de flujo o presión establecidos y si dicha corriente está configurada para utilizar hidrógeno, el GC supone que existe una fuga. Transcurridos 25 segundos emitirá un pitido para avisarle y después, emitirá pitidos a intervalos. Unos 5 minutos después, el GC desconectará los componentes por motivos de seguridad. El GC:

- Muestra en pantalla **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Cierra la válvula de suministro de gas portador al inyector y cierra y apaga tanto los controles de flujo como de presión.
- Abre las válvulas de purga de split en los inyectores split/splitless.
- Apaga el calentador del horno y del ventilador y abre los flap del horno.
- Apaga todos los calentadores (incluidos todos los dispositivos conectados a los controles de los calentadores auxiliares, como los calentadores de la caja de válvulas y los calentadores de la línea).
- Apaga el filamento del TCD.
- Apaga el encendedor del FID o FPD+, y cierra los flujos de aire y de gas combustible.
- Apaga la perla del NPD y los flujos de aire y de gas combustible.
- Hace sonar una alarma.

ADVERTENCIA

El GC no puede detectar fugas en las corrientes de gas del detector. Por ello, es de suma importancia que las conexiones del FID, NPD y de cualquier otro detector que utilice hidrógeno estén siempre conectadas a una columna o tengan un tapón instalado, y que las corrientes de hidrógeno se configuren de forma que el GC las reconozca.

Para recuperarse de un estado de corte de hidrógeno:

- 1 Arregle la causa del corte:
 - Sustituya el séptum del inyector. Consulte el Manual de mantenimiento.
 - Sustituya la arandela del inyector. Consulte el Manual de mantenimiento.
 - Vea si hay alguna columna rota.
 - Compruebe la presión de suministro.
 - Compruebe si hay fugas en el sistema. Consulte [Sugerencias para la revisión de fugas](#).
- 2 Apague y vuelva a encender el GC.
- 3 Seleccione **Diagnostics**. Seleccione la alerta. Seleccione **Clear Shutdown - On** para borrar la alerta y encender todas las zonas. Seleccione **Clear Shutdown - Off** para borrar la alerta y encender todas las zonas, excepto la zona de parada.

Cortes térmicos

Un fallo térmico significa que el horno u otra zona calentada no se encuentra dentro de su rango de temperatura permisible (inferior a la temperatura mínima o superior a la temperatura máxima). Este error puede producirse por varios motivos:

- Un problema con el suministro eléctrico al instrumento.
- Un malfuncionamiento del sistema electrónico de control de la zona.
- Un sensor de temperatura cortocircuitado.
- Un calentador cortocircuitado.

Para que vuelva a funcionar:

- 1 Arregle la causa del corte:
 - Vea si falta aislamiento.
- 2 La mayoría de los cortes térmicos se pueden eliminar apagando la zona térmica.

6

Solución de problemas electrónicos: síntomas de encendido y de comunicación del GC

El GC no se enciende 98

El PC no se puede comunicar con el GC 99

El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación) 100

El GC no se enciende

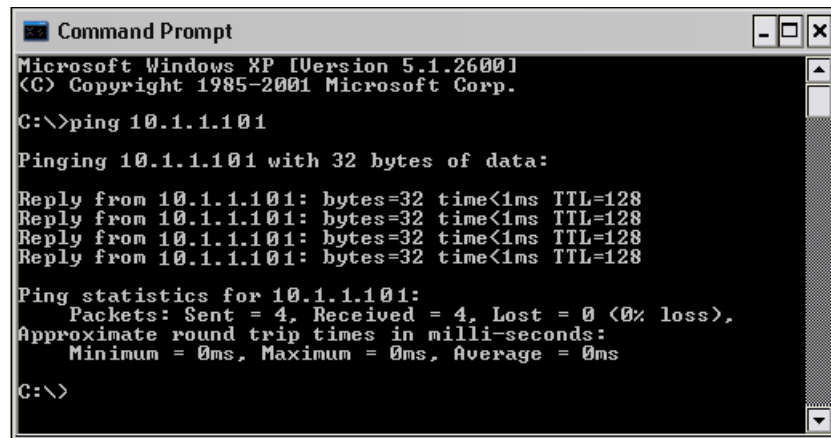
Si el GC no se enciende:

- Examine el cable de alimentación eléctrica.
- Verifique el suministro eléctrico del edificio.
- Si el problema está en el GC, apague la alimentación eléctrica del GC. Espere 30 segundos y vuelva a encender el GC.

El PC no se puede comunicar con el GC

- Ejecute el comando de prueba **Ping**

El comando **Ping** de MS-DOS verifica las comunicaciones a través de la conexión TCP/IP. Para usarlo, abra la ventana del símbolo del sistema. Escriba **ping** seguido de una dirección IP. Por ejemplo, si la dirección IP es 10.1.1.101, escriba **ping 10.1.1.101**. Si las comunicaciones LAN funcionan correctamente, obtendrá una respuesta satisfactoria. Por ejemplo:



```
Command Prompt
Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
```

Si la prueba ping es satisfactoria, compruebe la configuración del software.

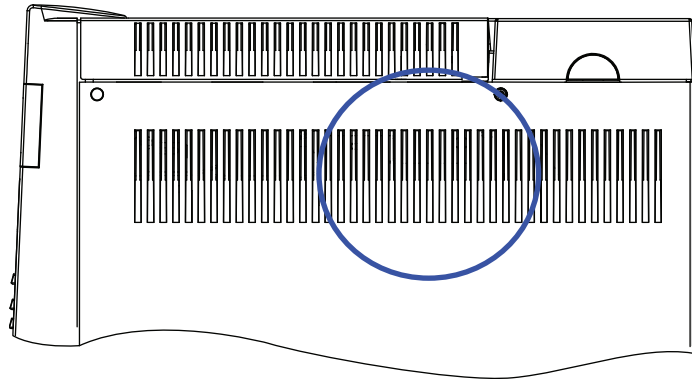
Si la prueba ping no es satisfactoria, haga lo siguiente:

- Examine el cableado de la red LAN.
- Compruebe la dirección IP, la máscara de subred y las direcciones de puerta de enlace.
- Asegúrese de que todos los dispositivos de red (concentradores, conmutadores, etc.) estén encendidos, conectados adecuadamente y en funcionamiento.
- Busque una tarjeta LAN defectuosa en el PC.
- Vea si algún otro software está conectado al GC. Por ejemplo, solamente se puede conectar un teclado en pantalla al GC al mismo tiempo. Los sistemas de datos de Agilent también bloquean la conexión con otros sistemas de datos.

El GC se enciende y luego se detiene durante el inicio (durante la autocomprobación)

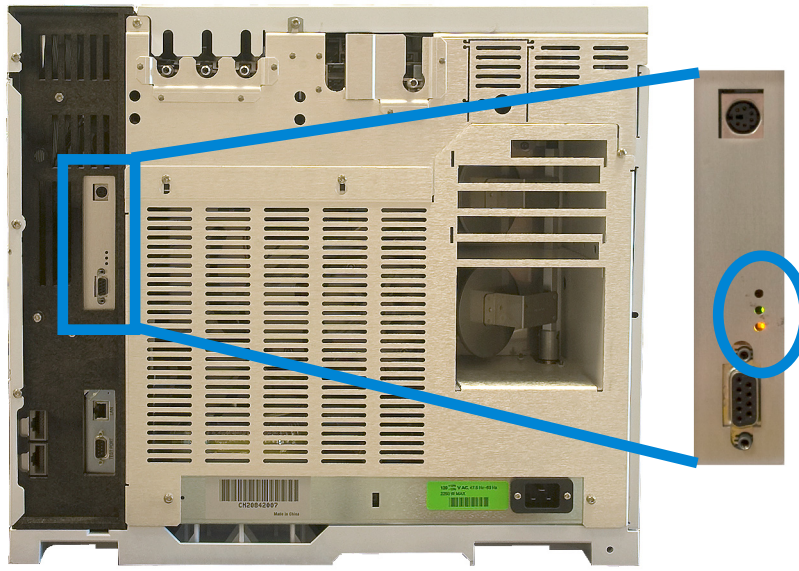
Si el GC se enciende pero no aparece la pantalla normal:

- 1 Ponga el interruptor de alimentación del GC en **Off**. Espere un minuto y luego ponga el interruptor de alimentación del GC en **On**.
- 2 Si el GC no vuelve a la normalidad, anote todos los mensajes que aparezcan en la pantalla. Vea el panel trasero del GC y busque los indicadores LED (verde, amarillo o rojo) que están encima del conector REMOTE para ver si están parpadeando o si se iluminan de forma constante (en los GC de modelos anteriores, vea a través de las ranuras del panel lateral derecho del GC, donde se ilustra a continuación). Póngase en contacto con Agilent para realizar una revisión y facilite la información que aparezca en la pantalla al personal de soporte técnico de Agilent. (Consulte también **"Información que se debe proporcionar al contactar con el soporte técnico de Agilent"** en la página 14.)



Modelos anteriores de GC: los indicadores LED se ven a través del panel lateral.

6 Solución de problemas electrónicos: síntomas de encendido y de comunicación del GC



Comprobación de fugas

- Sugerencias para la revisión de fugas 104
- Para revisar si hay fugas externas 105
- Para revisar si hay fugas en el GC 106
- Fugas en las conexiones de flujo capilar 107
- Cómo revisar fugas en los inyectores 108
- Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión 109
- Cómo revisar manualmente fugas en los inyectores split/splitless 111
- Cuándo realizar una prueba de caída de presión en un inyector empaquetado con purga 114
- Cómo corregir fugas en el inyector empaquetado con purga 115
- Cómo revisar manualmente fugas en inyectores de columnas empaquetadas 116
- Cómo corregir fugas en el inyector de columna empaquetada 117
- Para corregir fugas en el inyector de frío en columna 118

Sugerencias para la revisión de fugas

Cuando realice una comprobación de fugas, considere el sistema en dos partes: puntos de fuga externos y puntos de fuga del GC.

- **Los puntos de fuga externos** incluyen la botella de gas comprimido (o purificador de gas), el regulador y sus conexiones, las válvulas de cierre del suministro y las conexiones a los adaptadores del suministro del GC.
- **Los puntos de fuga del GC** incluyen inyectores, detectores, conexiones de columna, conexiones de válvula y conexiones entre los módulos de flujo y los inyectores y detectores.

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

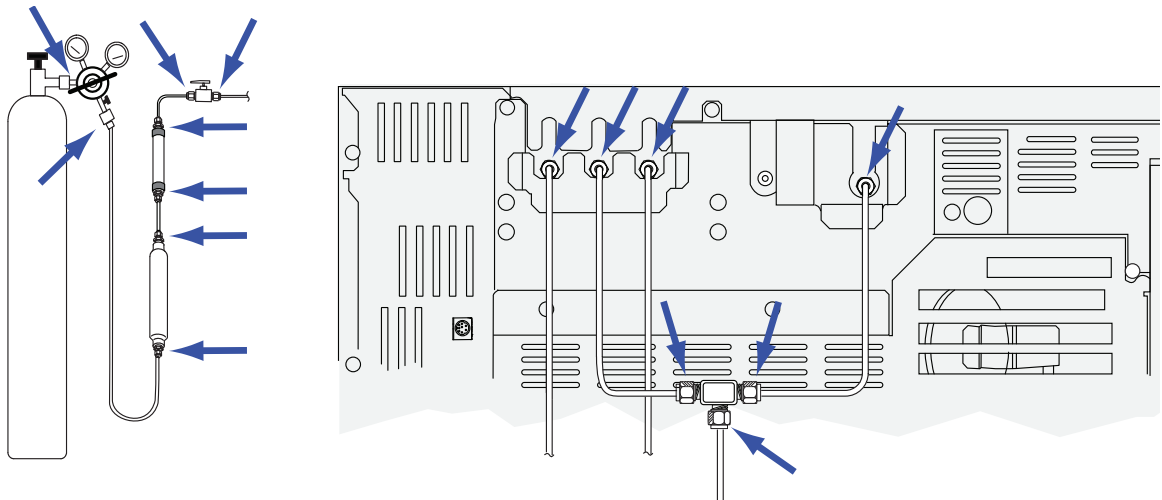
ADVERTENCIA

Podría haber gases de muestra peligrosos.

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Detector de fugas electrónico capaz de detectar el tipo de gas
 - Llaves de 7/16 pulgadas, 9/16 pulgadas, y 1/4 pulgadas para apretar las conexiones Swagelok y las conexiones de columna
- 2 Compruebe todos los puntos de fuga posibles asociados con cualquier operación de mantenimiento que se haya llevado a cabo recientemente.
- 3 Compruebe las conexiones y adaptadores que se someten a ciclos térmicos, ya que dichos ciclos térmicos tienden a aflojar algunos tipos de conexiones. Utilice el detector de fugas electrónico para determinar si hay fugas en una conexión.
 - Comience revisando primero todas las conexiones que se hayan hecho recientemente.
 - No se olvide de revisar las conexiones de las líneas de suministro de gas después de cambiar las trampas o las botellas de suministro.

Para revisar si hay fugas externas

Revise si hay fugas en las siguientes conexiones:



- Conexiones de cabeza gruesa del suministro de gas
- Conexión de la botella de gas
- Conexiones del regulador
- Trampas
- Válvulas de cierre
- Conexión en T

Realice una prueba de caída de presión.

- 1 Apague el GC.
- 2 Establezca la presión del regulador en 415 kPa (60 psi).
- 3 Gire totalmente el botón de ajuste de presión del regulador en el sentido contrario al de las agujas del reloj para cerrar la válvula.
- 4 Espere 10 minutos. Si hay una caída de presión mayor a 7 kPa (1 psi), significa que hay una fuga en las conexiones externas.

Para revisar si hay fugas en el GC

Revise si hay fugas en las siguientes conexiones:

- séptum del inyector, cabezal con séptum, liner, trampa de purga de con división, línea de trampa de purga de con división y conexiones de purga de con división.
- Conexiones de la columna a inyectores, detectores, válvulas, divisores y uniones
- Conexiones desde los módulos de flujo a inyectores, detectores y válvulas
- Adaptadores de columna

Primero, emplee la prueba de fugas integrada en el GC para revisar si hay fugas en las conexiones para entrada de columna, el séptum, el liner, la línea de trampa de purga con división, etc. Consulte **"Cómo revisar fugas en los inyectores"**. Corrija cualquier fuga que encuentre mediante la prueba. Si el GC aún muestra síntomas de fuga, revise los otros puntos posibles de fuga.

Si usa Agilent Instrument Utilities, también puede usarlo para ejecutar remotamente una revisión de fugas en los inyectores (para tipos de inyectores seleccionados).

Si el inyector pasa la revisión de fugas en los inyectores pero todavía sospecha que existe una fuga en la inyección, puede usar el software Instrument Utilities para realizar una prueba de caída de presión para la mayoría de los inyectores. (También puede realizar una prueba de caída de presión manual en cualquier inyector). Cualquier inyector que pase la prueba de caída de presión del inyector puede considerarse sin fugas.

- **Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión**

Use un detector de fugas electrónico para verificar las conexiones de la columna y de tubería. Consulte también:

- **Cómo revisar manualmente fugas en los inyectores split/splitless**
- **Fugas en las conexiones de flujo capilar**

Fugas en las conexiones de flujo capilar

En las conexiones de flujo capilar, la fuga indica normalmente que la conexión se ha apretado en exceso. No la apriete más a no ser que la conexión esté obviamente suelta. En su lugar, extraiga la conexión, corte el extremo de la columna e instálela de nuevo.

Inspeccione también la placa y la conexión para ver si algún extremo de columna está roto.

Cómo revisar fugas en los inyectores

El GC proporciona una revisión de fugas integrada y en tiempo real para todos los inyectores. Dicha revisión es más útil para encontrar fugas en los inyectores durante y después de darle mantenimiento a los inyectores. Aunque no es tan exhaustiva o sensible como la prueba completa de presión en los inyectores, normalmente se realiza con la columna instalada y configurada y ofrece una evidencia rápida de que los inyectores no tienen ninguna fuga considerable. Agilent recomienda ejecutar la prueba antes y durante el mantenimiento de los inyectores, de modo que a medida que apriete las conexiones podrá ver que el inyector detiene la fuga. La prueba es apropiada para todas las aplicaciones, aunque algunas requieren pruebas de fuga más sólidas.

La revisión de fugas en los inyectores detecta fugas en:

- Las conexiones para entrada de columna
- El sello de oro (si corresponde)
- Carcasa de trampa de purga de con división (si corresponde)
- Tuerca del séptum y séptum (si corresponde)
- Conjunto de tuerca de bloque de inserto y cabezal con séptum (si corresponde)

Para ejecutar la prueba:

- 1 Seleccione **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets**, seleccione el inyector deseado, y seleccione **Leak & Restriction Test**.
- 2 Seleccione **Start Test**.

NOTA

Si ejecutó la prueba en un inyector sin fugas antes de realizar el mantenimiento, el resultado de la prueba de fugas después del mantenimiento debe ser más o menos igual al resultado antes del mismo.

- 3 Si la prueba sigue presentando errores:

- 4 Sustituya

- el séptum
- Reinstale la columna en el inyector.
- Sustituya el liner y la arandela del liner.
- Abra la trampa de purga con división y compruebe el asiento de la arandela. Sustituya la trampa de purga con split si fuera necesario.

Si pasa la prueba, pero todavía sospecha una fuga en los inyectores, realice una prueba de deterioro de fugas de presión. Consulte:

- [Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión](#)
- [Cuándo realizar una prueba de caída de presión en un inyector empaquetado con purga](#)

Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión

Use la prueba de fugas y restricciones del inyector para determinar si el inyector presenta fugas. Abra el software, seleccione el GC y ejecute la prueba de caída de presión del inyector. Consulte **“Cómo revisar fugas en los inyectores”** en la página 108 y **“Cómo ejecutar la prueba de restricciones de la purga del split”** en la página 129.

Si la prueba presenta errores:

- Compruebe la conexión de la columna conectada y el tapón de purga del séptum.
- Compruebe el cabezal del séptum. Ajuste si es necesario.
- Sustituya el séptum si es necesario.
- Inspeccione y reinstale el liner si presenta fugas.
- Ajuste la trampa de purga con división si es necesario o instale un nuevo cartucho y arandelas.
- Ajuste la conexión de tubo de purga con división al inyector.

Cómo realizar una prueba de caída de presión del inyector desde la interfaz de usuario en el navegador

Las pruebas de caída de presión para identificar fugas desde el módulo del flujo del inyector hasta la conexión de la columna.

Después de realizar el mantenimiento, primero compruebe la existencia de fugas en áreas accesibles desde el exterior. Consulte **“Para revisar si hay fugas externas”**.

Si se sabe que existe una fuga, compruebe primero las conexiones del inyector accesibles desde el exterior, especialmente cualquier conexión a la que se le haya realizado mantenimiento, como la tuerca del séptum, el adaptador de la columna, la conexión de la columna, etc.

Esta prueba puede encontrar los siguientes tipos de fugas (o no):

La prueba puede detectar fugas en:	La prueba no puede detectar fugas en:
séptum	La conexión de columna
La tuerca del séptum	Las conexiones de cabeza gruesa del suministro de gas al módulo de flujo
Retén de la arandela del liner	Los tubos y las conexiones en una línea de transferencia conectada al inyector
la tuerca reductora y la arandela/el sello de oro	fugas internas en un módulo EPC o EPR
El cuerpo del inyector	
La válvula de flujo de purga con división del distribuidor de flujo	
La trampa y los tubos de purga con división	
Los tubos de purga del séptum	
Los sellos dentro de los tubos entre el módulo del flujo del inyector y el cuerpo del inyector	

Puede que sea necesario realizar esta prueba a los siguientes materiales:

- Férrula sin orificio
- Llave de 1/4 pulgadas
- Guantes resistentes al calor (si el inyector está caliente)
- Tuerca de columna
- Nuevo séptum
- Arandela
- Tapón detector de ECD/TCD (número de pieza 5060-9055)

5 Seleccione **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets**.

6 Seleccione **Pressure Decay Test**.

7 Seleccione **Start Test**.

8 Siga las instrucciones que se indican en la interfaz de usuario en el navegador.

9 Después de que el inyector pasa la prueba, restaure el GC a la condición operativa.

- Restablezca las presiones de la fuente.
- Quite las tapas o cierres.
- Vuelva a instalar la columna.
- Restaure la configuración correcta de la columna.
- Cargue el método operativo.

Cómo revisar manualmente fugas en los inyectores split/splitless

Este procedimiento describe cómo comprobar y arreglar fugas en el inyector con o sin división. Siga los procedimientos a continuación según los síntomas del inyector.

No se alcanza el valor regulado o establecido para la presión

Si el inyector split/splitless no alcanza el valor regulado o la presión establecida, el GC estará en estado "Not Ready." (los inyectores equipados con EPR indicarán que no están listos mediante un asterisco parpadeante.) El indicador de estado encima de la pantalla táctil y la bandeja de estado en la pantalla táctil serán naranjas. El GC se cerrará en aproximadamente 5,5 minutos si el inyector no se puede presurizar y controlar.

Si recientemente ha realizado mantenimiento, primero compruebe si existen fugas en cualquier conexión o pieza que haya manipulado.

- 1 Verifique si la presión del gas suministrado al GC es suficiente y compruebe si hay fugas en el suministro de gas (consulte **Para revisar si hay fugas externas**). El inyector requiere 70 kPa (10 psi) sobre la presión más alta usada en el método.
 - Máximo de 120 psi para inyector de 0-100 psi
 - Máximo de 170 psi para inyector de 0-150 psi
- 2 Compruebe los parámetros de flujo configurados. El flujo total debe ser suficientemente alto para mantener la presión del inyector durante todo el trayecto. Las columnas de orificio ancho requieren velocidades de flujos más altas. Habitualmente 50 ml/min es suficiente. Para aumentar el flujo total:
 - Aumente la relación de división si está en el modo con división
 - Aumente el flujo de purga para el modo sin división
- 3 Si la presión continúa baja, pase al próximo paso.
- 4 Ejecute la revisión de fugas en los inyectores. Consulte **"Cómo revisar fugas en los inyectores"**. El flujo total brinda una indicación de la magnitud de la fuga. Supervise el flujo total mientras comprueba o ajusta las conexiones:
 - Tuerca de séptum
 - Columna
 - Trampa de purga de división/arandelas
 - Liner/arandelas
 - Sello de oro
 - Conexión de tubo de purga con división al cuerpo del inyector
 - Conexiones de bloque de flujo en el distribuidor de flujo

De forma alternativa, use un detector de fugas electrónico para comprobar estas conexiones.

Si estas comprobaciones no resuelven el problema, póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

ADVERTENCIA

Tenga cuidado. Puede que el horno, el inyector o el detector estén tan calientes que produzcan quemaduras. Si el horno, el inyector o el detector están calientes, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.

Baja sensibilidad o reproducibilidad deficiente

Una pequeña fuga en el inyector del EPC split/splitless puede provocar baja sensibilidad o reproducibilidad deficiente. Compruebe si existe una pequeña fuga y aíslala, como se describe a continuación.

Si recientemente ha realizado mantenimiento, primero compruebe si existen fugas en cualquier conexión o pieza que haya manipulado.

- 1 Realice una prueba de caída de presión del inyector. Consulte **“Cómo realizar una prueba de deterioro de fugas de presión”**. Si pasa la prueba, considere que el inyector no tiene fugas y compruebe otras causas para la baja sensibilidad o reproducibilidad deficiente.
- 2 Si falla la prueba de caída de presión, realice una revisión de fugas en los inyectores. Consulte **“Cómo revisar fugas en los inyectores”**. Supervise el flujo total mientras comprueba o ajuste las conexiones:
 - Tuerca de séptum
 - Columna
 - Trampa de purga de split
 - Liner/arandelas
 - Sello de oro
 - Conexión de tubo de purga con división al cuerpo del inyector
 - Conexiones de bloque de flujo en el distribuidor de flujo
- 3 Si la comprobación de fugas de preparación del inyector no resuelve el problema, la fuga puede ser demasiado pequeña para detectarla con una comprobación. Use un detector de fugas electrónico para comprobar las conexiones.

Si estas comprobaciones no resuelven el problema, póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

Para corregir fugas en el inyector con o sin división

Si el inyector no pasa la prueba de caída de presión, compruebe lo siguiente:

- Compruebe las tapas o cierres usados en la prueba; asegúrese de que cada una esté correctamente instalada y ajustada.
- Si ha realizado la prueba de fugas después de realizar el mantenimiento, compruebe la correcta instalación de las piezas manipuladas durante el mantenimiento.
- Compruebe que las tuercas del séptum estén correctamente ajustadas.
- Compruebe el séptum. Reemplácelo si está viejo o dañado.
- Compruebe la instalación del conjunto de insertos.
- Compruebe el liner y la arandela del liner.
- Si cambia el sello de oro, verifique la correcta instalación.
- Asegúrese de que la temperatura del inyector continúe constante durante la prueba.

Cuándo realizar una prueba de caída de presión en un inyector empaquetado con purga

Use la prueba de caída de presión para determinar si el inyector empaquetado con purga presenta fugas.

Si la prueba presenta errores:

- Ajuste la tuerca del séptum o de la tapa Merlin.
- Sustituya el séptum o el Microsello Merlin.
- Ajuste el bloque de inserto superior. Sustituya el liner.
- Sustituya la arandela y apriete la conexión del adaptador de la columna. Reinstale si es necesario.
- Compruebe la conexión de la columna conectada y el tapón de purga del séptum.

Cómo corregir fugas en el inyector empaquetado con purga

- 1 Si el inyector no pasa la prueba de fugas, compruebe lo siguiente:
 - Compruebe las tapas o cierres usados en la prueba; asegúrese de que cada una esté correctamente instalada y ajustada.
 - Si ha realizado la prueba de fugas después de realizar el mantenimiento, compruebe la correcta instalación de las piezas manipuladas durante el mantenimiento.
 - Compruebe que las tuercas del séptum estén correctamente ajustadas.
 - Compruebe el séptum. Reemplácelo si está viejo o dañado.
 - Verifique que el bloque de inserto superior esté ajustado.
 - Sustituya la arandela.
 - También verifique el inserto de vidrio.
 - Reemplace el sello de la férula en el adaptador.
 - Asegúrese de que la temperatura del inyector continúe constante durante la prueba.
- 2 Si estos elementos no resuelven el problema, póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

Cómo revisar manualmente fugas en inyectores de columnas empaquetadas

Este método comprueba las fugas desde el módulo del flujo del inyector hasta la conexión de la columna.

Después de realizar el mantenimiento, primero compruebe la existencia de fugas en áreas accesibles desde el exterior. Consulte **“Para revisar si hay fugas externas”**.

Si se sabe que existe una fuga, compruebe primero las conexiones del inyector accesibles desde el exterior, especialmente cualquier conexión a la que se le haya realizado mantenimiento, como la tuerca del séptum, el adaptador de la columna, la conexión de la columna, etc.

La prueba de fugas de presión descrita a continuación requiere quitar la columna y tapan la conexión de la columna del inyector. Esta prueba puede encontrar los siguientes tipos de fugas (o no):

La prueba puede detectar fugas en:	La prueba no puede detectar fugas en:
séptum	La conexión de columna
La tuerca del séptum	
Adaptador y férrula	
El cuerpo del inyector	
Bloque de inserto superior	
Los sellos dentro de los tubos entre el módulo del flujo del inyector y el cuerpo del inyector	

ADVERTENCIA

Esta prueba de fuga no es adecuada para los gases portadores inflamables, como el hidrógeno.

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Llave de 9/16 pulgadas
 - Llave de 7/16 pulgadas
 - Guantes resistentes al calor (si el inyector está caliente)
 - Tapa Swagelok de 1/8 y 1/4 pulgadas
- 2 Establezca la temperatura del inyector y del horno a 35°C.
- 3 Instale la columna si se ha instalado.
- 4 Quiete el séptum nuevo y sustitúyalo por uno nuevo.
- 5 Inspeccione la arandela y reemplácela si está dura y frágil o quebradiza.
- 6 Si no está seguro de la calidad de la férrula del adaptador, reemplácela.

- 7 Utilice las teclas 2/+ y 8/- del teclado en pantalla para ajustar el flujo de la columna a 5 ml/min.
- 8 Enchufe la conexión de la columna.
 - Si se instala un adaptador de columna empaquetada de 1/8 pulgada, use una tapa Swagelok de 1/8 pulgadas (5180-4121)
 - Si se instala un adaptador de columna empaquetada de 1/4 pulgada, use una tapa Swagelok de 1/4 pulgadas (5180-4120)
- 9 Dado que el gas no tiene forma de escapar cuando la conexión de la columna está tapada, el flujo de la columna en pantalla debería caer a 0,0 mL/min o < 0,1 mL/min.
- 10 Haga doble clic sobre Status para comprobar el flujo real del inyector.
- 11 Si el flujo de la columna que aparece en pantalla es superior a 0,1 mL/min, o si alcanza el valor establecido, hay una fuga. En caso contrario, no hay fugas en el sistema.
- 12 Después de que el inyector pasa la prueba, restaure el GC a la condición operativa.
- 13 Quite las tapas o cierres.
- 14 Vuelva a instalar la columna.
- 15 Restaure la configuración correcta de la columna.
- 16 Cargue el método operativo.

Cómo corregir fugas en el inyector de columna empaquetada

Si el inyector no pasa la prueba de fugas, compruebe lo siguiente:

- Compruebe las tapas o cierres usados en la prueba; asegúrese de que cada una esté correctamente instalada y ajustada.
- Si ha realizado la prueba de fugas después de realizar el mantenimiento, compruebe la correcta instalación de las piezas manipuladas durante el mantenimiento.
- Compruebe que las tuercas del séptum estén correctamente ajustadas.
- Compruebe el séptum. Reemplácelo si está viejo o dañado.
- Verifique que el bloque de inserto superior esté ajustado.
- Sustituya la arandela.
- También verifique el inserto de vidrio.
- Reemplace el sello de la ferrula en el adaptador.
- Asegúrese de que la temperatura del inyector continúe constante durante la prueba.

Si estos elementos no resuelven el problema, póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

Para corregir fugas en el inyector de frío en columna

Si el inyector no pasa la prueba de caída de presión, compruebe lo siguiente:

- Compruebe las tapas o cierres usados en la prueba; asegúrese de que cada una esté correctamente instalada y ajustada.
- Si ha realizado la prueba de fugas después de realizar el mantenimiento, compruebe la correcta instalación de las piezas manipuladas durante el mantenimiento.
- Compruebe que la tuerca del séptum o de la torre de enfriamiento esté ajustada.
- Compruebe el séptum. Reemplácelo si está viejo o dañado.
- Asegúrese de que la temperatura del inyector continúe constante durante la prueba.

Si estos elementos no resuelven el problema, póngase en contacto con Agilent para obtener servicio técnico.

Tareas de diagnóstico y solución de problemas

- Para medir el flujo de una columna 120
- Para medir el flujo de purga de split o de séptum 123
- Medición del flujo de un detector 124
- Para realizar la autocomprobación del GC 127
- Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split 128
- Cómo ejecutar la prueba de restricciones de la purga del split 129
- Para ajustar la desviación de encendido del FID 130
- Para verificar si la llama del FID está encendida 131
- Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido 132
- Para medir la corriente de descarga del FID 133
- Para medir la salida de línea base del FID 134
- Cómo aislar la causa del ruido del FID 135
- Cómo medir la corriente de descarga del NPD 136
- Para revisar un chorro bloqueado del FID 137
- Para revisar un chorro bloqueado del NPD 138
- Para verificar que se ha encendido la perla del NPD 139
- Cómo verificar si la llama del FPD+ está encendida 140
- Cómo ajustar la desviación de encendido del FPD+ 141
- Cambio de purificadoras de gas 142
- Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo 143

Para medir el flujo de una columna

Medición del flujo de columna del FID, TCD, ECD y FPD+

El procedimiento siguiente se usa para medir el flujo de columna de un FID, TCD, ECD y FPD+.

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

ADVERTENCIA

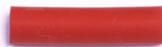
Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Tubo adaptador de flujómetro apropiado (incluido en el kit de envío del GC)
 - Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés
- 2 Apague el detector.
- 3 Cierre los flujos del detector.
- 4 Conecte el adaptador apropiado al sistema de escape del detector.

NOTA

Los diámetros de tubo de flujómetro varían según el modelo; adecúe el adaptador al tubo del flujómetro según sea necesario.

Un tubo adaptador de goma de 1/8 pulg. se acopla directamente al sistema de ventilación del ECD o del TCD.

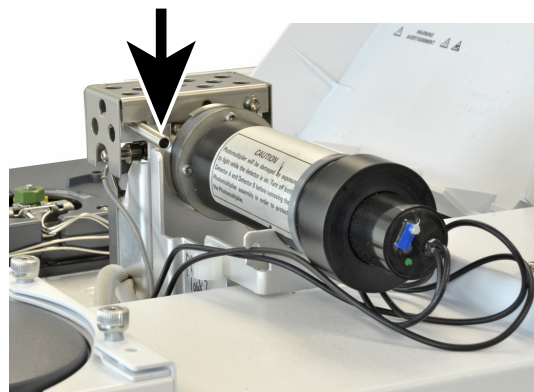


Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca de forma forzada en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.



8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

Para el FPD+, extraiga el tubo de plástico del sistema de escape del FPD+ y conecte el flujómetro directamente al tubo de ventilación del FPD+. Si es necesario, utilice un adaptador de tubo de 1/4 pulg. entre el sistema de escape del detector y el tubo del flujómetro.



- 5 Conecte el flujómetro a su adaptador para medir las velocidades de flujo.

Medición del flujo de columna NPD

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Herramienta adaptador del flujómetro del NPD (G1534-60640)



- Inserto de medición de flujo (19301-60660)
- Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

- 2 Apague la perla.
- 3 Enfríe el NPD hasta 100 °C.

ADVERTENCIA

Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.

- 4 Extraiga la perla y guárdela con cuidado hasta que vuelva a instalarse.
- 5 Inserte la herramienta adaptador del flujómetro del NPD en el colector del NPD.
- 6 Acople el inserto de medición de flujo en la herramienta adaptador del flujómetro del NPD.



- 7 Coloque el tubo del flujómetro sobre el inserto de medición de flujo para comenzar la medición.

Para medir el flujo de purga de split o de séptum

Tenga en cuenta que el GC informa flujos calibrados a 25 °C y 1 atmósfera. Corrija los resultados del flujómetro según corresponda.

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

Los flujos de purga de split o de purga de séptum salen por el módulo neumático de la parte superior trasera del GC. Vea la siguiente figura.

Para medir los flujos de purga de split o de purga de séptum, acople el flujómetro al tubo apropiado. Quite la tapa neumática del GC para obtener acceso a los sistemas de escape del inyector posterior.

- La purga de split tiene una conexión roscada Swagelok de 1/8 pulg. Las purgas tienen una conexión roscada Swagelok de 1/8 pulgadas. Cree y utilice un tubo adaptador de 1/8 pulgadas (como se muestra a continuación) para convertir la conexión roscada de 1/8 pulgadas en un tubo de 1/8 pulgadas. Con ello se impide que en torno a las roscas del tubo del flujómetro de goma haya fugas que provocarían una lectura de flujo incorrecta.



- La purga de septum es un tubo de 1/8 pulgadas. Utilice el adaptador de goma rojo que se muestra en la ilustración para medir los flujos.

Medición del flujo de un detector

Los detectores, sobre todo los detectores con llama, necesitan mediciones de flujo precisas para funcionar correctamente. Los flujos incorrectos son ocasionados por:

- Restricciones en la línea de suministro, lo que genera un mensaje de **Not Ready** en la pantalla del GC (todos los detectores)
- Fugas en la columna o en la conexión del adaptador de la columna (todos los detectores)
- Un chorro bloqueado (FID, NPD)
- Una fuga en la cámara del quemador, el sello de la ventana o el sello del encendedor (FPD+)
- Un sensor de presión cuyo valor se debe establecer en cero
- Una válvula del EPC o del EPR que no funciona correctamente.

Para aislar el problema, compare el flujo de **un canal de gas** con la velocidad de flujo real.

Medición de los flujos del FID, TCD, ECD y FPD+

ADVERTENCIA

El hidrógeno (H₂) es inflamable y hay peligro de explosión cuando se mezcla con el aire en un espacio cerrado (por ejemplo, un medidor de flujo). Purgue los flujómetros con gas inerte cuando sea necesario. Mida siempre los gases por separado. Apague siempre los detectores para evitar el autoencendido de la llama o perla.

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Tubo adaptador de flujómetro apropiado (incluido en el kit de envío del GC)
 - Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

PRECAUCIÓN

Para evitar que se dañe la columna, enfríe el horno antes de cerrar el flujo de la misma.

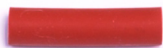
- 2 Establezca la temperatura en la temperatura ambiente (35 °C).
- 3 Cierre el flujo de la columna y la presión.
- 4 Corte todos los gases detectores.
- 5 Apague la llama del FID, la llama del FPD+ y el filamento del TCD (según corresponda).
- 6 Enfríe el detector.
- 7 Conecte el adaptador apropiado al sistema de escape del detector.

NOTA

Los diámetros de tubo de flujómetro varían según el modelo; adecúe el adaptador al tubo del flujómetro según sea necesario.

8 Tareas de diagnóstico y solución de problemas

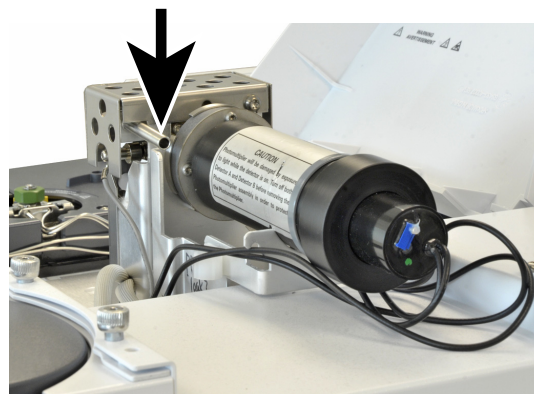
Un tubo adaptador de goma se acopla directamente al sistema de ventilación del ECD o del TCD.



Se suministra un adaptador aparte (19301-60660) para el FID. Inserte el adaptador en el sistema de ventilación del detector hasta donde sea posible. Percibirá resistencia cuando la arandela del adaptador se introduzca de forma forzada en el sistema de ventilación del detector. Gire y empuje el adaptador durante la inserción para asegurar que se logra un buen sello.



Para el FPD+, extraiga el tubo de plástico del sistema de escape del FPD+ y conecte el flujómetro directamente al tubo de ventilación del FPD+. Si es necesario, utilice un adaptador de tubo de 1/4 pulg. entre el sistema de escape del detector y el tubo del flujómetro.



- 8 Conecte el flujómetro a su adaptador.
- 9 Mida la velocidad de flujo real de cada gas de manera individual.

Medición de flujos del NPD

- 1 Prepare lo siguiente:
 - Herramienta adaptador del flujómetro del NPD (G1534-60640)



- Inserto de medición de flujo (19301-60660)
- Flujómetro electrónico calibrado para las velocidades de flujo y de gas de interés

- 2 Apague la perla.
- 3 Enfríe el NPD hasta 100 °C.

ADVERTENCIA

Tenga cuidado. Puede que el detector esté tan caliente que produzca quemaduras. Si el detector está caliente, póngase unos guantes resistentes al calor para protegerse las manos.

- 4 Extraiga la perla y guárdela con cuidado hasta que vuelva a instalarse.
- 5 Inserte la herramienta adaptador del flujómetro del NPD en el colector del NPD.
- 6 Acople el inserto de medición de flujo en la herramienta adaptador del flujómetro del NPD.



- 7 Coloque el tubo del flujómetro sobre el inserto de medición de flujo para comenzar la medición.

Para realizar la autocomprobación del GC

- 1 Apague el GC.
- 2 Espere un minuto y luego vuelva a encender el interruptor de alimentación del GC. Si aparece la pantalla principal de estado del GC, significa que el instrumento ha pasado la prueba.

Para revisar o supervisar la retropresión de la línea de purga de split

Agilent proporciona una prueba integrada que mide la retropresión de la trampa y la línea de purga de split para los inyectores split/splitless. La prueba mide la presión generada en el paso de flujo de purga de split a una velocidad de flujo específica seleccionada por el usuario. La velocidad de flujo puede ser el valor establecido de **Split flow** del método o bien, el valor predeterminado de 400 ml/min utilizado por Agilent para comparar los valores habituales.

Al ejecutar la prueba en un sistema limpio, puede establecer una línea base para la retropresión prevista en la línea de purga de split. A continuación, puede volver a ejecutar la prueba de forma periódica para determinar si la trampa necesita ser reemplazada antes de que tenga impacto en la cromatografía.

La presión medida por la prueba depende de:

- El liner instalado
- La velocidad de flujo utilizada

Por lo tanto, el valor medido real varía entre las distintas configuraciones y entre un GC y otro.

La prueba verifica lo siguiente:

- Restricción del liner
- Contaminación del sello de oro
- Restricciones de la línea de purga de split, tal como la contaminación en las muestras condensadas de la línea y la trampa de purga de split

La prueba también puede proporcionar una medida de la idoneidad del hardware instalado. Ejecute la prueba con los valores establecidos y el hardware del método. Si la presión de prueba medida se aproxima a la presión deseada del cabezal de la columna, quiere decir que hasta una cantidad mínima de restricción en la línea de purga de split podría ocasionar que el GC pase al estado de no listo. Quizá sea recomendable instalar otro liner o ajustar el método. (En los liners splitless, primero intente reinstalar el liner. Los liners splitless crean más retropresión que los liners split, de modo que pequeñas variaciones de la orientación podrían marcar una diferencia en las presiones bajas del cabezal).

Cómo ejecutar la prueba de restricciones de la purga del split

Puede que sea necesario realizar esta prueba a los siguientes materiales:

- Férula sin orificio (5020-8294) y tuerca de columna (5181-8130), o tuerca ciega de columna capilar (5020-8294)
- Llave de 1/4 pulgadas

Guantes resistentes al calor (si el inyector está caliente)

Desde la interfaz de usuario en el navegador:

- 1 Seleccione **Diagnostics > Diagnostic Tests > Inlets**.
- 2 Seleccione **Split Vent Restriction Test**.
- 3 Siga las instrucciones que aparecen en la interfaz de usuario en el navegador.

Para ajustar la desviación de encendido del FID

Para ajustar el FID de **Lit offset**:

- 1 Seleccione **Settings > Configuration > Detector**.
- 2 Toque el valor **Lit offset** para mostrar un teclado. Use el teclado para introducir el valor deseado.
- 3 La desviación de encendido debe ser $< 2,0$ pA o inferior al resultado normal del FID cuando está encendido.
- 4 Seleccione **Apply** para guardar los cambios.

Para verificar si la llama del FID está encendida

Para verificar si la llama del FID está encendida, sujete un espejo u otra superficie reflectante sobre el sistema de escape del colector. Si la condensación es estable, indica que la llama está encendida.

Normalmente, el resultado del FID estará entre 5,0 y 20,0 pA cuando está encendido y < 2,0 pA cuando no lo está.

Si la llama no se enciende, haga lo siguiente:

- Verifique si la temperatura del detector está establecida por encima de 150 °C. Agilent recomienda utilizar el FID ≥ 300 °C.
- Verifique que los flujos del detector sean los correctos.
- Inspeccione el chorro para ver si hay contaminación.
- Verifique que el chorro esté instalado correctamente.
- Revise si hay fugas en las conexiones de columna.

Para verificar el funcionamiento del encendedor del FID durante la secuencia de encendido

ADVERTENCIA

Manténgase a una distancia prudente con respecto a la chimenea del FID mientras realice esta tarea. Si utiliza hidrógeno, la llama del FID no será visible.

- 1 Retire la cubierta superior del detector.
- 2 Coloque la llama del FID en posición **On**.
- 3 Observe el tapón incandescente por la chimenea del FID. El orificio pequeño debe estar incandescente durante la secuencia de encendido.

Para medir la corriente de descarga del FID

- 1 Cargue el método analítico.
 - Asegúrese de que los flujos sean aceptables para la ignición.
 - Caliente el detector a la temperatura de funcionamiento o a 300°C.
- 2 Apague la llama del FID.
- 3 Compruebe que el electrómetro del FID esté encendido.
- 4 Seleccione **Method > Detectors**, luego desplácese hasta que los **Detector Specifics** sean visibles.
- 5 Compruebe que la salida sea estable y $< 1,0$ pA.

Si la potencia de salida es inestable o $> 1,0$ pA, apague el GC, revise si el montaje de las piezas de la parte superior del FID es correcto y si existe contaminación. Si la contaminación se limita al detector, acondicione térmicamente el FID.
- 6 Encienda la llama.

Para medir la salida de línea base del FID

- 1 Cargue el método de verificación con la columna instalada.
- 2 Establezca la temperatura del horno en 35 °C.
- 3 Seleccione **Method > Detectors**, luego desplácese hasta que los **Detector Specifics** sean visibles.
- 4 Cuando la llama esté encendida y el GC esté listo, verifique que la potencia de salida sea estable y < 20 pA (puede tardar un poco).
- 5 Si la potencia de salida no es estable o es > 20 pA, el sistema o el gas pueden estar contaminados. Si esta contaminación se limita al detector, limpie térmicamente el FID.

Cómo aislar la causa del ruido del FID

El ruido del FID es el resultado de factores mecánicos, eléctricos y químicos. El ruido del FID puede ser un parámetro subjetivo. A menudo, el ruido de línea base del FID se percibe en función del historial de un detector o una comparación determinado con otro detector en el laboratorio. Para obtener un diagnóstico adecuado del ruido es importante evaluar el ruido del detector bajo condiciones documentadas y con estándares conocidos. Encuentre información más detallada sobre el ruido en **“Detector con mucho ruido que incluye oscilación, deriva y picos fantasma en la línea base”** en la página 44.

Antes de resolver problemas del detector, realice una prueba de ruido con el sistema de datos de Agilent. Si el detector no realiza adecuadamente la prueba de ruido, solucione los problemas como se indica a continuación.

Para aislar la causa del ruido del FID:

- 1 Si la prueba de ruido no se realiza correctamente, elimine la columna y vuelva a evaluar el ruido del detector con el FID taponado y vuelto a encender, utilizando únicamente H₂/aire y gases detectores auxiliares. Si la aprueba, es posible que el gas portador o la columna estén contaminados.
- 2 Si el ruido falló sin una columna instalada, repita la prueba de ruido únicamente con H₂ y aire. Establezca el flujo auxiliar en "Off" (apagado). Si la aprueba, es posible que el gas auxiliar esté contaminado.
- 3 Si la prueba de fugas falla, reemplace o limpie el colector y los aislantes de PTFE, el interconector con resorte o todo el conjunto del electrómetro del FID.
- 4 Si la prueba de corriente de descarga da buen resultado, es posible que el chorro esté contaminado o que los suministros de gas detector H₂ o aire estén contaminados. Sobre todo si el fondo del detector cuando está encendido es >20 pA.

Cómo medir la corriente de descarga del NPD

- 1 Cargue el método analítico.
- 2 Establezca **NPD Adjust Offset** en **Off** y apague la perla.
 - Deje el NPD a la temperatura de funcionamiento.
 - Deje los flujos abiertos o cerrados.
- 3 Seleccione **Method > Detectors**, luego desplácese hasta que los **Detector Specifics** sean visibles.
- 4 Compruebe que la potencia de salida (corriente de descarga) sea estable y $< 1,0$ pA.
- 5 La potencia de salida debería bajar lentamente hacia $0,0$ pA y estabilizarse en las décimas de un picoamperio. Una corriente $> 2,0$ pA indica la existencia de un problema.

Para revisar un chorro bloqueado del FID

La causa más común de problemas de encendido del FID es un chorro bloqueado total o parcialmente. Si el chorro no está completamente bloqueado y la llama aún se enciende, un síntoma secundario serán los tiempos de retención de picos más prolongados. El bloqueo de chorros es más común con las columnas empaquetadas o de película gruesa/alto sangrado y las aplicaciones de temperaturas elevadas. Se recomienda utilizar el horno de columna dentro de los límites de temperatura de la columna y utilizar el FID al menos 20 °C más caliente que la temperatura máxima del horno en el método GC. Si el chorro del FID se está atascando, los flujos reales de H₂, gas auxiliar y gas portador capilar serán menores que los valores indicados en el GC.

Para ver si hay algún chorro bloqueado del FID:

- 1** Deje la columna instalada en el FID. Si ya la eliminó, destape la conexión de columnas del detector en el horno. (El hecho de dejar la columna instalada determinará que está instalada demasiado alto en el chorro y bloqueará el orificio.)
- 2** Establezca el flujo auxiliar en "Off". Confirme una lectura de 0,0 ml/min en la pantalla del GC para el flujo auxiliar real.
- 3** Establezca el flujo de hidrógeno en 75 ml/minuto (aumente la presión de suministro de H₂ según sea necesario para alcanzar este valor de velocidad de flujo.)
- 4** Supervise la lectura "Real" del flujo auxiliar

Si el flujo auxiliar indica un valor superior a 1.0 ml/min, esto indica que el chorro está atascado o parcialmente atascado. La presión está retrocediendo desde el canal de H₂ al canal auxiliar del módulo EPC o EPR, lo que provoca una indicación de flujo falsa en el canal auxiliar.

También puede quitar el chorro de la carcasa y sujetarlo a una fuente liviana. Inspeccione los orificios del chorro para ver si hay contaminación. Si está atascado, sustituya el chorro.

Para revisar un chorro bloqueado del NPD

El módulo EPC detector controla el flujo al mantener la restricción fija de una presión de gas calibrada. Un chorro atascado provocará lecturas de flujo inexactas.

Para ver si hay un chorro atascado del NPD, mida los flujos reales de hidrógeno y auxiliares. (Consulte la sección **Medición de flujos del NPD**.) Si los flujos son más bajos que los valores mostrados, sustituya el chorro.

Para verificar que se ha encendido la perla del NPD

ADVERTENCIA

Gases de escape calientes. El sistema de escape del detector está caliente y puede producir quemaduras.

Para comprobar que la perla esté encendida, mire por el orificio de ventilación de la tapa del detector para ver si la perla está al rojo vivo.

La potencia del NPD es seleccionada por el usuario como parte del proceso de ajuste de desviación y normalmente está entre 5,0 y 50,0 pA.

Cómo verificar si la llama del FPD+ está encendida

Para verificar si la llama del FPD+ está encendida:

- 1 Saque el tubo de goteo de goma del sistema de ventilación del detector.
- 2 Sujete un espejo o una superficie brillante cerca del tubo de escape de aluminio. Si la condensación es estable, significa que la llama está encendida.

Cómo ajustar la desviación de encendido del FPD+

Para ajustar el valor del FPD+ **Lit offset**:

- 1 Seleccione **Settings > Configuration > Detector**.
- 2 Toque el valor **Lit offset** para mostrar un teclado. Use el teclado para introducir el valor deseado.
- 3 La desviación de encendido debe ser < 2.0 pA o inferior al resultado normal del FPD+ cuando está encendido.
- 4 Seleccione **Apply** para guardar los cambios.

Cambio de purificadoras de gas

Agilent recomienda utilizar trampas purificadoras en las líneas de gas para evitar que las impurezas entren y contaminen el sistema GC o dañen la columna. Algunas trampas tienen el único propósito de eliminación de oxígeno, humedad o hidrocarburos, mientras que las trampas de contaminación se ocupan de eliminar todos esos contaminantes.

La mejor manera de saber cuándo es necesario cambiar una trampa es utilizar una trampa indicadora, la cual se debe colocar a continuación de una trampa de alta capacidad. Agilent recomienda utilizar trampas indicadoras de vidrio, como el sistema Gas Clean Filter, cuyos tubos transparentes muestran un color diferente que cambia según la contaminación. Este cambio de color le indica al analista que es momento de cambiar las trampas.

Si no se utilizan trampas indicadores, se recomienda seguir las indicaciones del fabricante en lo que respecta a la frecuencia de reemplazo. Por lo general, el fabricante indicará cuántos cilindros de gas se pueden purificar con una trampa determinada. Si así lo desea, es posible realizar un cálculo estimado para determinar cuándo será necesario reemplazar la trampa. Por ejemplo: Tiene un cilindro de tamaño "K" estándar con He de pureza 99,995% que contiene 7800 l de He. Si tomamos como ejemplo el peor de los casos, donde el 0,005% corresponde a oxígeno, usted debería tener 39 ml, o aproximadamente 56 mg de O₂ en el tanque. La trampa de oxígeno OT3 de Agilent, por ejemplo, tiene capacidad para 600 mg de O₂. Por lo tanto, tiene que reemplazar la trampa OT3 cada 10 cilindros. Este es solo un cálculo estimado, y siempre resulta conveniente cambiar las trampas demasiado temprano antes que demasiado tarde.

Para hacer caso omiso del estado de preparación de un dispositivo

De forma predeterminada, el GC monitoriza el estado de todos los dispositivos configurados (inyectores, detectores, calentadores de la caja de válvulas, calentador del horno, módulos EPC o EPR, etc.) y pasa a estar listo cuando todos ellos llegan al valor establecido. Si el GC detecta un problema en alguno de esos dispositivos, nunca pasa a estar listo o podría llegar al estado de corte a fin de protegerse o de evitar comprometer la seguridad. No obstante, es probable que en alguna ocasión no desee que el estado de preparación de algún dispositivo evite que se inicie un análisis. Un ejemplo importante es cuando un inyector o un calentador del detector son defectuosos. Normalmente, dicho error evita que el GC pase a estar listo e inicie el análisis. Sin embargo, puede establecer el GC a fin de que haga caso omiso de este problema y pueda utilizarse el otro inyector o detector hasta que se repare el dispositivo.

No es posible hacer caso omiso de todos los dispositivos. Puede pasar por alto el estado de los inyectores, los detectores, el módulo EPC o el EPR, o el horno. El estado de preparación de otros dispositivos y componentes nunca puede pasarse por alto, por ejemplo, los dispositivos de inyección tales como la válvula de intercambio o el muestreador automático de líquidos.

Para hacer caso omiso del estado de un dispositivo:

- 1 Cierre el flujo de gas y apague el calentador del dispositivo como corresponda (asegúrese de que no se comprometa la seguridad).
- 2 Seleccione **Settings > Configuration**, luego seleccione el elemento.
- 3 Elimine la selección de la casilla **Enable** en el campo **Readiness**.

Ahora puede utilizar el GC hasta que se repare el dispositivo.

PRECAUCIÓN

No pase por alto el estado de preparación de un dispositivo que se esté utilizando a menos que no le importe si llega al valor establecido.

Asegúrese de volver a establecer el dispositivo dañado en Ignore Ready = False después de que se repare. Si no lo hace, se continuará haciendo caso omiso del estado del mismo (temperatura, flujo, presión, etc.), aunque se utilice el dispositivo en el análisis.

Para que se tome en cuenta la preparación del dispositivo, establezca **Ignore Ready** en **False**.

